



UNIVERSIDADE FEDERAL DA PARAÍBA
CENTRO DE TECNOLOGIA
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA MECÂNICA

LUCAS VICENTE PERIASSU DE OLIVEIRA

**DESENVOLVIMENTO DE COMPÓSITOS À BASE DE NÍQUEL
REFORÇADOS COM TaC E/OU NbC VIA MECANOSSÍNTESE**

JOÃO PESSOA – PB

2018

LUCAS VICENTE PERIASSU DE OLIVEIRA

**DESENVOLVIMENTO DE COMPÓSITOS À BASE DE NÍQUEL
REFORÇADOS COM TaC E/OU NbC VIA MECANOSSÍNTESE**

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado à
Universidade Federal da Paraíba como
exigência parcial para obtenção do título de
Bacharel em Engenharia Mecânica.

Orientadora: Prof^a. Dr^a. Maria Roseane de
Pontes Fernandes

JOÃO PESSOA – PB

2018

LUCAS VICENTE PERIASSU DE OLIVEIRA

**DESENVOLVIMENTO DE COMPÓSITOS À BASE DE NÍQUEL
REFORÇADOS COM TaC E/OU NbC VIA MECANOSSÍNTESE**

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado à
Universidade Federal da Paraíba como
exigência parcial para obtenção do título de
Bacharel em Engenharia Mecânica.

Aprovado em ____ de _____ de 2018.

BANCA EXAMINADORA

Prof^ª. Dr^ª. Maria Roseane de Pontes Fernandes

Orientadora

Departamento de Engenharia De Materiais / CT / UFPB

Prof. Dr. Rafael Evaristo Caluete

Examinador

Departamento de Engenharia Mecânica / CT / UFPB

Prof^ª. Dr^ª. Danielle Guedes de Lima Cavalcante

Examinadora

Departamento de Engenharia De Materiais / CT / UFPB

AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente a Deus, pois sem ele nem a conclusão do curso e nem a finalização deste trabalho seriam possíveis.

À minha família. A minha mãe Fátima Periassu por todo o apoio sempre. A minha tia Vera Periassu, por sempre me dar forças para continuar e me dar todo o apoio. A minha avó Lourdes Periassu, in memoriam, que foi uma pessoa que sempre me incentivou muito e me ajudou. A Paula, por sempre ter cuidado de tudo para mim.

A minha namorada Núbia Alves, que amo muito, por sempre me apoiar e me entender as várias vezes que não podia lhe dar atenção. Me proporcionando momentos únicos, que com certeza me ajudaram muito a continuar na batalha.

A Prof^ª. Dr^ª. Maria Roseane, pela orientação, sugestões, suporte teórico e zelo no trato da matéria.

Ao LSR (Laboratório de solidificação rápida) pela imersão no mundo da pesquisa e desenvolvimento tecnológico.

Aos meus amigos de infância, Anderson Sousa, Anderson Valdeílson, Clayton Marques, Djael Wagner, Felipe Cezar, Pedro Paulo, Victor Miguel, pelos momentos extra curso, ajudando a seguir.

Aos meus amigos de curso, Dener Delmiro, Genilton filho, Thalles Emannuel, João Vinícius, Heitor Augusto, Gesse Paulo, Tiago Fonseca, pela amizade, pelos momentos de descontração e pelo companheirismo durante o período da graduação.

RESUMO

O constante desenvolvimento tecnológico implica em uma necessidade crescente de materiais com melhores desempenhos, avaliados sob diversas propriedades, como maior resistência mecânica, maior resistência ao desgaste, melhor estabilidade térmica, resistência a corrosão e redução de peso. Com isso, engenheiros, pesquisadores e cientistas têm buscado o aprimoramento de materiais tradicionais e o desenvolvimento de novos compósitos. No presente trabalho foram desenvolvidos compósitos metálicos à base de níquel, via mecanossíntese, com reforços de carbetos de tântalo e carbetos de nióbio. Os pós metálicos passaram por análise granulométrica, para verificar o tamanho médio de partículas após moagem, estudos de validade da sinterização foram feitos para as amostras comparando-se as densidades à verde e após sinterização, seguido dos ensaios de dureza Rockwell F. Foram estudadas amostras com 4, 8 e 12 por cento em volume dos carbetos na matriz metálica, variando os tempos de moagem de 2, 4 e 6 horas. A partir dos resultados obtidos foi verificado que as amostras de NT4 obtém melhores propriedades com tempo de moagem de 4 horas e as amostras de NT8 e NT12, obtém melhor dispersão com tempo de moagem de 2 horas. As amostras com reforço de carbetos de nióbio demonstraram pouca variabilidade de comportamento à medida que se elevou o tempo de moagem para obtenção. Todas essas amostras tiveram menor densidade que o do níquel puro. Para as amostras com reforço de carbetos de tântalo e carbetos de nióbio as densidades ficaram abaixo da do níquel puro. A densidade das amostras cresceu com o aumento da porcentagem em volume, bem como do tempo de moagem. Houve uma ligeira redução na dureza das amostras a medida que se aumentou o tempo de moagem em todas as amostras, exceto na amostra NN4 4 horas que reduziu consideravelmente sua dureza.

Palavras-Chave: Compósitos. Níquel. Carbetos de tântalo. Carbetos de nióbio. Mecanossíntese.

ABSTRACT

The constant technological development implies in a growing need of materials with better performances, evaluated under diverse properties, such as greater mechanical resistance, greater resistance to wear, better thermal stability, resistance to corrosion and reduction of weight. With this, engineers, researchers and scientists have sought to improve traditional materials and the development of new composites. In the present work, nickel-based metallic composites were developed, via mechanosynthesis, with reinforcements of tantalum carbide and niobium carbide. The metal powders underwent granulometric analysis to verify the average particle size after milling, sinter validity studies were done for the samples by comparing the densities to green and after sintering, followed by the Rockwell F hardness tests. Samples were studied with 4, 8 and 12 volume percent of the carbides in the metal matrix, varying the milling times of 2, 4 and 6 hours. From the results obtained it was verified that the samples of NT4 obtain better properties with time of grinding of 4 hours and the samples of NT8 and NT12, obtains better dispersion with time of milling of 2 hours. Samples with niobium carbide reinforcement showed little behavior variability as the grinding time was increased to obtain. All these samples had lower density than pure nickel. For the samples reinforced with tantalum carbide and niobium carbide densities were below that of pure nickel. The density of the samples increased as the percentage by volume as well as the milling time increased. There was a slight reduction in the hardness of the samples as the grinding time was increased in all samples, except in the 4 hour NN4 sample which considerably reduced its hardness.

Keywords: Composites. Nickel. Tantalum carbide. Niobium carbide. Mechanical alloying.

LISTA DE FIGURAS

| | |
|---|----|
| Figura 1. Representação esquemática do processo via metalurgia do pó (QUALISINTER, 2011 apud PAULETTI, 2012). | 16 |
| Figura 2. Morfologia de partículas metálicas (KNEWITZ, 2009). | 17 |
| Figura 3. Pós característicos de um material devido seu processo de fabricação (KNEWITZ, 2009). | 18 |
| Figura 4. Sequência da compactação de duplo efeito (COLTON, 2009 APUD BITTENCOURT, 2012). | 20 |
| Figura 5: Jarras do moinho de bolas com as esferas e a amostra | 29 |
| Figura 6: Distribuição do tamanho de partículas do NT4 2 horas. | 33 |
| Figura 7: Distribuição do tamanho de partículas do NT4 4 horas. | 33 |
| Figura 8: Distribuição do tamanho de partículas do NT8 2 horas. | 34 |
| Figura 9: Distribuição do tamanho de partículas NT8 4 horas. | 34 |
| Figura 10: Distribuição do tamanho de partículas NT12 2 horas. | 35 |
| Figura 11: Distribuição do tamanho de partículas NT12 4 horas. | 35 |
| Figura 12: Distribuição do tamanho de partículas NN4 2 horas. | 36 |
| Figura 13: Distribuição do tamanho de partículas NN4 4 horas. | 36 |
| Figura 14: Distribuição do tamanho de partículas NN8 2 horas. | 36 |
| Figura 15: Distribuição do tamanho de partículas NN8 4 horas. | 37 |
| Figura 16: Distribuição do tamanho de partículas NN12 2 horas. | 37 |
| Figura 17: Distribuição do tamanho de partículas NN12 4 horas. | 37 |
| Figura 18: Distribuição do tamanho de partículas NTN4 2 horas. | 39 |
| Figura 19: Distribuição do tamanho de partículas NTN4 4 horas. | 39 |
| Figura 20: Distribuição do tamanho de partículas NTN8 2 horas. | 39 |
| Figura 21: Distribuição do tamanho de partículas NTN8 4 horas. | 40 |
| Figura 22: Distribuição do tamanho de partículas NTN12 2 horas. | 40 |
| Figura 23: Distribuição do tamanho de partículas NTN12 4 horas. | 40 |
| Figura 24: Gráfico das densidades das amostras à base de níquel com reforço de carbeto de tântalo, com tempo de moagem de 2 horas. | 42 |
| Figura 25: Gráfico das densidades das amostras à base de níquel com reforço de carbeto de nióbio, com tempo de moagem de 2 horas. | 43 |
| Figura 26: Gráfico das densidades das amostras à base de níquel com reforço de carbeto de tântalo mais carbeto de nióbio, com moagem de 2 horas. | 45 |
| Figura 27: Gráfico das densidades das amostras à base de níquel com reforço de carbeto de tântalo, com moagem de 4 horas. | 46 |
| Figura 28: Gráfico das densidades das amostras à base de níquel com reforço de carbeto de nióbio, com tempo de moagem de 4 horas. | 47 |
| Figura 29: Gráfico das densidades das amostras à base de níquel com reforço de carbeto de tântalo mais carbeto de nióbio, com tempo de moagem de 4 horas. | 48 |
| Figura 30: Gráfico das densidades de todas as amostras. | 48 |
| Figura 31: MEV das amostras à base de níquel e reforço de Carbeto de tântalo nos tempos de moagem 4 horas: (b) NT4, (c) NT8 e (d) NT12. | 50 |
| Figura 32: Gráfico dos resultados de dureza das amostras à base de níquel com reforço de carbeto de tântalo. | 51 |
| Figura 33: Gráfico dos resultados de dureza das amostras à base de níquel com reforço de carbeto de nióbio. | 52 |
| Figura 34: Gráfico dos resultados de dureza das amostras à base de níquel com reforço de carbeto de tântalo mais carbeto de nióbio. | 53 |

LISTA DE TABELAS

| | |
|--|----|
| Tabela 1: Propriedades do níquel | 25 |
| Tabela 2: Porcentagens em volume dos carbeto em cada amostra. | 28 |
| Tabela 3: Valores em peso para cada amostra de 10 gramas. | 28 |
| Tabela 4: Diâmetro médio das amostras de níquel – carbeto de tântalo. | 32 |
| Tabela 5: Diâmetro médio das amostras de níquel – carbeto de nióbio..... | 35 |
| Tabela 6: Diâmetro médio das amostras de níquel – carbeto de tântalo - carbeto de nióbio. | 38 |

LISTA DE EQUAÇÕES

| | |
|--|----|
| Equação 1: Formação da tetracarbonila. | 26 |
| Equação 2: Formação do níquel a partir da tetracarbonila. | 26 |
| Equação 3: Densidade | 30 |
| Equação 4: Volume do cilindro..... | 30 |

Sumário

| | |
|--|----|
| 1 INTRODUÇÃO | 12 |
| 1.1. OBJETIVOS | 14 |
| 1.1.1. OBJETIVO GERAL | 14 |
| 1.1.2. OBJETIVOS ESPECÍFICOS | 14 |
| 2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA | 15 |
| 2.1. DEFINIÇÃO DO PROCESSO VIA METALURGIA DO PÓ | 15 |
| 2.2. ETAPAS DO PROCESSO VIA METALURGIA DO PÓ | 16 |
| 2.3. CARACTERÍSTICAS DO PÓS | 16 |
| 2.4. MOAGEM DE ALTA ENERGIA | 18 |
| 2.5. COMPACTAÇÃO DO PÓS | 19 |
| 2.6. APLICAÇÕES DE COMPÓSITOS | 21 |
| 2.7. COMPÓSITOS DE MATRIZ METÁLICA (CMM'S) | 22 |
| 2.8. INSERÇÃO DE CARBETOS EM MATRIZ METÁLICA | 23 |
| 2.9. NÍQUEL | 24 |
| 3. MATERIAIS E MÉTODOS | 27 |
| 3.1. MATERIAIS DE PARTIDA | 27 |
| 3.1.1. CARACTERIZAÇÃO DOS PÓS DE PARTIDA | 27 |
| 3.1.1.1. DISTRIBUIÇÃO DE TAMANHO DE PARTÍCULAS | 27 |
| 3.1.1.2. MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV) | 27 |
| 3.2. MISTURA E MOAGEM DOS PÓS | 27 |
| 3.3. ANÁLISE DE TAMANHO DE PARTÍCULAS DAS AMOSTRAS | 29 |
| 3.4. COMPACTAÇÃO DAS AMOSTRAS E DENSIDADE À VERDE | 29 |
| 3.5. SINTERIZAÇÃO DAS AMOSTRAS | 30 |
| 3.6. DENSIDADE DO SINTERIZADO | 30 |
| 3.7. CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL | 31 |
| 3.8. DUREZA DAS AMOSTRAS | 31 |
| 4. RESULTADOS E DISCUSSÃO | 32 |
| 4.1. ANÁLISE DE TAMANHO DE PARTÍCULAS | 32 |
| 4.1.1. COMPÓSITOS FORMADOS PELA MATRIZ DE NÍQUEL COM REFORÇO DE CARBETO DE TÂNTALO (NT4, NT8 E NT12) | 32 |
| 4.1.2. COMPÓSITOS FORMADOS PELA MATRIZ DE NÍQUEL COM REFORÇO DE CARBETO DE NÍÓBIO (NN4, NN8 E NN12) | 35 |

| | |
|--|----|
| 4.1.3. COMPÓSITOS FORMADOS POR NÍQUEL COM REFORÇO DE CARBETO DE TÂNTALO E CARBETO DE NIÓBIO (NTN4, NTN8 E NTN12) | 38 |
| 4.2. DENSIDADE DAS AMOSTRAS | 41 |
| 4.2.1. DENSIDADE À VERDE E DO SINTERIZADO DAS AMOSTRAS COM TEMPO DE MOAGEM DE 2 HORAS | 41 |
| 4.2.1.1. AMOSTRAS COM MATRIZ METÁLICA DE NÍQUEL COM ADIÇÃO DO CARBETO DE TÂNTALO (NT4, NT8 E NT12), 2 HORAS DE MOAGEM | 41 |
| 4.2.1.2. AMOSTRAS COM MATRIZ METÁLICA DE NÍQUEL COM ADIÇÃO DO CARBETO DE NIÓBIO (NN4, NN8 E NN12), 2 HORAS DE MOAGEM..... | 43 |
| 4.2.1.3. AMOSTRAS COM MATRIZ METÁLICA DE NÍQUEL COM ADIÇÃO DO CARBETO DE TÂNTALO E CARBETO DE NIÓBIO (NTN4, NTN8 E NTN12), 2 HORAS DE MOAGEM | 44 |
| 4.2.2. DENSIDADE À VERDE E DO SINTERIZADO DAS AMOSTRAS COM TEMPO DE MOAGEM DE 4 HORAS | 45 |
| 4.2.2.1. AMOSTRAS COM MATRIZ METÁLICA DE NÍQUEL COM ADIÇÃO DO CARBETO DE TÂNTALO (NT4, NT8 E NT12), 4 HORAS DE MOAGEM | 45 |
| 4.2.2.2. AMOSTRAS COM MATRIZ METÁLICA DE NÍQUEL COM ADIÇÃO DO CARBETO DE NIÓBIO (NN4, NN8 E NN12), 4 HORAS DE MOAGEM..... | 46 |
| 4.2.2.3. AMOSTRAS COM MATRIZ METÁLICA DE NÍQUEL COM ADIÇÃO DO CARBETO DE NIÓBIO (NTN4, NTN8 E NTN12), 4 HORAS DE MOAGEM | 47 |
| 4.4. ENSAIOS DE DUREZA ROCKWELL F NAS AMOSTRAS | 50 |
| 4.4.1. DUREZA DAS AMOSTRAS NT4, NT8 E NT12 COM TEMPOS DE 2 E 4 HORAS DE MOAGEM..... | 50 |
| 4.4.2. DUREZA DAS AMOSTRAS NN4, NN8 E NN12 COM TEMPO DE 2 E 4 HORAS DE MOAGEM..... | 51 |
| 4.4.3. DUREZA DAS AMOSTRAS NTN4, NTN8 E NTN12 COM TEMPO DE 2 E 4 HORAS DE MOAGEM..... | 52 |
| 5. CONCLUSÕES | 53 |
| 6. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS | 56 |
| REFERÊNCIAS | 57 |

1 INTRODUÇÃO

O constante desenvolvimento tecnológico implica em necessidade crescente de materiais com melhores desempenhos, avaliados sob diversas propriedades, como maior resistência mecânica, maior resistência ao desgaste, melhor estabilidade térmica, resistência a corrosão e redução de peso. Com isso, engenheiros, pesquisadores e cientistas têm buscado o aprimoramento de materiais tradicionais e o desenvolvimento de novos compósitos (LEMSTER, 2005).

Esses avanços em desempenho frequentemente requerem o desenvolvimento de sistemas compósitos. Assim, com a fabricação de materiais compósitos, podem ser obtidas combinações particulares de propriedades, não encontradas em apenas um grupo básico de materiais, resultando em grande variedade de aplicações com relação às propriedades funcionais, físicas e mecânicas (FERNANDES, 2014).

Os compósitos de matriz metálica (CMM's) são uma nova geração de materiais desenvolvida para satisfazer demandas que se tornavam inviáveis com os metais individualmente. Os materiais que compõem os CMM's possuem propriedades características se analisados individualmente. Quando é elaborado o compósito, as propriedades individuais de cada fase contribuem de forma diferente para a obtenção das características finais da amostra obtida. Assim, a escolha das fases que compõem o CMM projetado devem estar alinhadas com o objetivo final deste, em termos de propriedades pretendidas. (FERNANDES, 2014).

Os compósitos de matriz metálica sinterizados ganham cada vez mais espaço no mercado, por poderem ter suas propriedades controladas pela qualidade da matéria-prima, microestrutura final e custo acessível. As matrizes apresentam a plasticidade do material e as fases dispersas ajustam as propriedades desejadas, como dureza, resistência mecânica, desgaste e estabilidade térmica.

O níquel é um metal muito importante nos mais diversos ramos da indústria, possuindo excelentes propriedades, como: magnetismo, resistência mecânica associada à resistência à corrosão, tanto à temperatura ambiente quanto em temperaturas elevadas. O mesmo pode ser utilizado na forma tecnologicamente pura, como ligas, superligas ou ainda como matriz para elaboração de materiais compósitos (IMBELLONI, 2013).

Dentre os materiais de reforço, necessários para elaboração dos compósitos à base de níquel, podemos destacar os carbetos dos metais de transição (Nb, Ta, Ti, etc.). Eles possuem propriedades excepcionais como alta dureza e excelente resistência a alta temperatura. Estes materiais de partículas duras têm a capacidade de proteger o compósito de matriz metálica contra abrasão e melhorar a dureza. (GORDO et al., 2000 APUD PAULO, 2003).

Dentre os materiais estruturais, os cerâmicos especiais (Si_3N_4 , SiC, TiC, TaC, NbC, Al_2O_3 , ZrO_2) são os maiores dos desafios tecnológicos, pois sua natureza frágil e estatística de comportamento introduz uma alta complexidade nos projetos e no seu desenvolvimento (GORDO et al., 2000 APUD PAULO, 2003).

O carbeto de Tântalo (TaC) é um material cerâmico que devido às suas propriedades, pode ser utilizado para fins estruturais, em componentes de motores a combustão, refratários, dentre muitas outras aplicações (XIANG, 2006).

O carbeto de nióbio (NbC) tem se destacado na indústria mecânica, na área química e de microeletrônica, por apresentar propriedades como elevada dureza, alto ponto de fusão (3610°C), elevada condutividade térmica, grande estabilidade química e até resistência à radiação. Geralmente é produzido com o aquecimento do metal puro, ou de seu óxido, com carbono. Essa reação ocorre no estado sólido e requer altas temperaturas ($1600-1800^\circ\text{C}$) (Simões ET AL., 2002).

Das técnicas possíveis para obtenção de CMM's temos a mecanossíntese (*mechanical alloying*), que consiste no processamento conjunto de dois ou mais componentes, misturados por moagem em moinhos de alta energia, podendo ser aplicado nos mais diversas variedades de ligas e compósitos. O processamento se dá em temperaturas próximas à ambiente, por reações de estado sólido, caracterizando esta técnica como bem controlada e o material resultante apresenta pouca contaminação e melhores propriedades mecânicas se comparado com os materiais obtidos de processos convencionais de fundição (SURYANARAYANA, 2001).

1.1. OBJETIVOS

1.1.1. OBJETIVO GERAL

Desenvolver materiais compósitos de matriz metálica à base de níquel com adição de carbeto de tântalo e/ou carbeto de nióbio via mecanossíntese.

1.1.2. OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Analisar o tamanho das partículas de pós após a moagem;
- Comparar os valores das densidades das amostras, obtidas por método geométrico;
- Analisar a dispersão das fases de reforço na matriz de níquel via microscopia eletrônica de varredura (MEV);
- Comparar os valores das durezas obtidas por macrodureza.

2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1. DEFINIÇÃO DO PROCESSO VIA METALURGIA DO PÓ

Metalurgia do pó é um dos mais promissores métodos para fabricação *near net shape* e de peças complexas, devido sua habilidade de eliminar ao máximo operações secundárias. Produto fabricado via metalurgia do pó oferece uma larga faixa de aplicações e fornece uma boa tolerância dimensional para peças com geometria complexa. Usualmente, o produto final apresenta uma porosidade que afeta fortemente as propriedades mecânicas do material (REIHANIAN ET AL., 2011).

Também, o processo via metalurgia do pó fornece benefícios econômicos quando comparado aos processos metalúrgicos convencionais; as características distintivas que possuem o processo seriam a redução de custo, melhoria no desempenho e a produção de material com geometria exclusiva. (RAJESHKANNAN ET AL., 2008).

Ainda, apresenta as seguintes características: utilização de pós metálicos e não metálicos como matérias-primas; produção de peças com formas definitivas ou praticamente definitivas, dentro de tolerâncias bastante estreitas, geralmente sem necessidade de operações de usinagem ou outro tipo de acabamento; produção de componentes com características estruturais e físicas impossíveis de se obter por qualquer outro processo metalúrgico; obtenção de peças em grandes séries, tornando o processo altamente competitivo em relação aos processos convencionais (KNEWITZ, 2009).

A técnica da metalurgia do pó possibilita a fabricação de peças com formas definitivas ou muito próxima desta, reduzindo assim a necessidade de elevadas operações secundárias, se comparadas com métodos de fabricação convencional. Além disso, ela possibilita a fabricação de componentes com características estruturais e físicas impossíveis de serem obtidas através de outros processos metalúrgicos. O método também possibilita um elevado índice de isotropia estrutural, não diferindo em grau de dificuldade de fabricação se a geometria da peça é complexa ou simples. Outro ponto importante é a capacidade de fabricação de elevadas quantidades de componentes, facilitada pela metodologia de fabricação que é utilizada na metalurgia do pó.

2.2. ETAPAS DO PROCESSO VIA METALURGIA DO PÓ

A técnica denominada metalurgia do pó possui etapas bem definidas que são basicamente: (1) seleção dos materiais utilizados como matérias-primas, observando as propriedades pretendidas que estas irão conferir; (2) mistura do material da matriz com os materiais de reforço; (3) compactação da mistura dos pós obtida; (4) Sinterização do compactado (Figura 1).

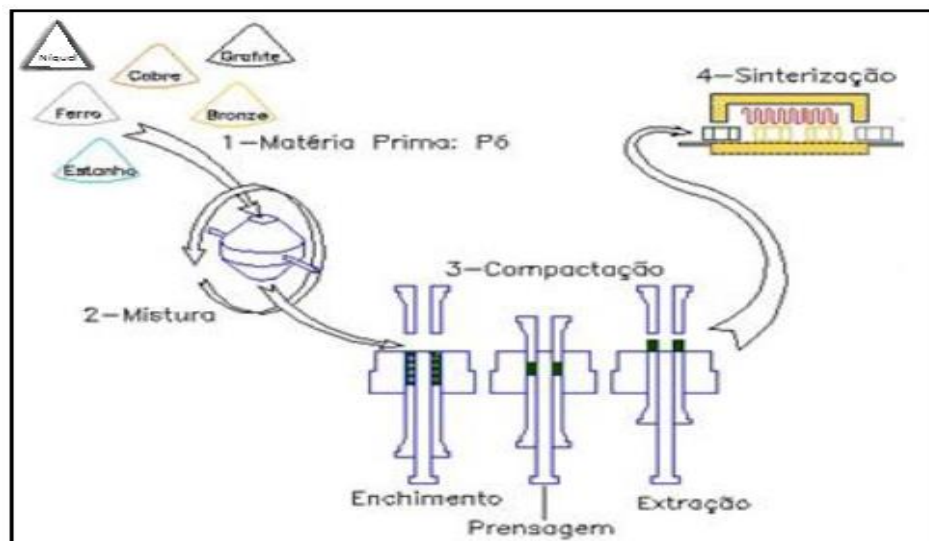


Figura 1. Representação esquemática do processo via metalurgia do pó (QUALISINTER, 2011 apud PAULETTI, 2012).

1. O pó é feito pelos processos específicos;
2. Os pós são misturados para fornecer homogeneidade à peça;
3. Coloca-se a mistura na matriz, que é prensada e extraída logo após;
4. Na sequência, a peça segue para fornos especiais, onde é sinterizada;
5. A peça vai ao processo complementar para melhorar tratamento térmico (propriedades), calibragem (tolerâncias), dentre outros.

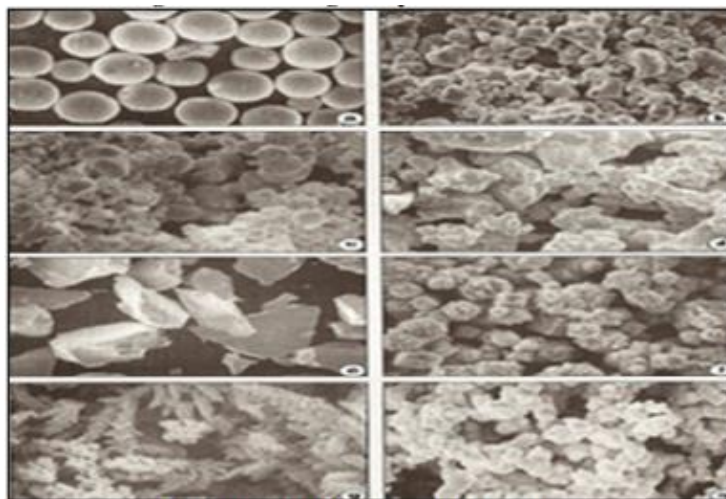
2.3. CARACTERÍSTICAS DO PÓS

Os pós selecionados têm influência direta nas propriedades finais do sinterizado e devem ser cuidadosamente escolhidos pois a sua morfologia, tamanho, densidade,

composição química e compressibilidade afetam o seu posterior processamento, afetando diretamente as propriedades finais desejadas.

Dentre as características mais relevantes dos pós metálicos estão o tamanho e a forma das partículas individuais. Considerando o projeto de uma peça sinterizada, verifica-se importância, também, na distribuição granulométrica das partículas. Os variados métodos existentes de obtenção de pó metálicos conduzem a produtos de diversos tamanhos, formas e distribuição, além de outras características dos pós. Nesse contexto, é imprescindível dominar o processo de caracterização e obtenção dos pós para que se possa chegar a uma peça final capaz de atender os quesitos de engenharia (MELCHIORS, 2010).

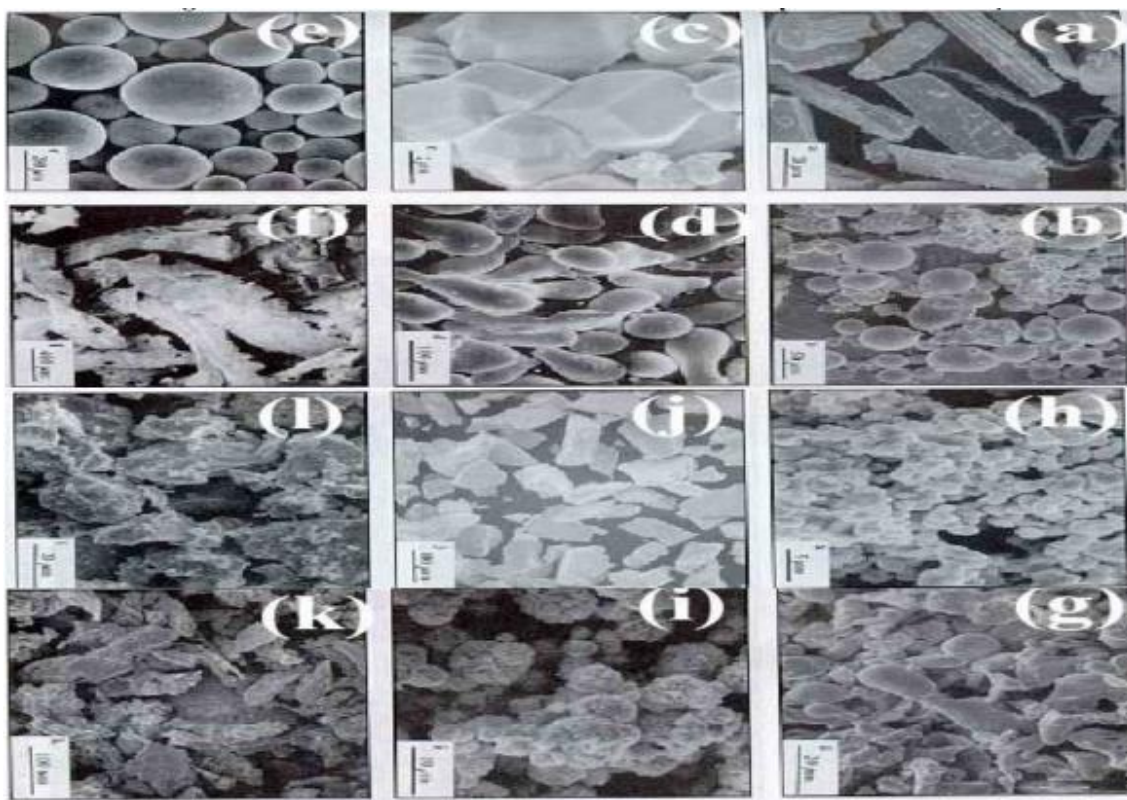
a) Forma geométrica das partículas: as formas mais comuns são aciculares, dentífrica, angular, fibrosa, granular, porosa, nodular, irregular ou esférica (MELCHIORS, 2010). Na figura 2 são mostradas as formas geométricas das partículas.



Fonte: adaptado de KNEWITZ, 2009

Figura 2. Morfologia de partículas metálicas (KNEWITZ, 2009).

b) Tamanho: o diâmetro médio das partículas exerce influência sobre determinadas características do produto final. Uma partícula maior, por exemplo, proporciona maior compactação, ao passo que uma menor permite uma superfície com menor rugosidade (MELCHIORS, 2010).



Fonte: adaptado de KNEWITZ, 2009

Figura 3. Pós característicos de um material devido seu processo de fabricação (KNEWITZ, 2009).

2.4. MOAGEM DE ALTA ENERGIA

A moagem de alta energia (MAE) foi desenvolvida pela primeira vez na década de 60, por John S. Benjamin nos laboratórios da INCO (International Nickel Company) (RODRÍGUEZ, 2000, LAST, 1996), para a produção de superligas à base de níquel endurecidas por dispersão de óxidos (ODS) (SURYANARAYANA, 2001, LIN, 2000, RODRÍGUEZ, 1995, WEBER, 1988). Atingiu sua importância comercial nos anos 80, despertando grande interesse na fabricação de inúmeros materiais, entre os quais com maior destaque para as ligas de alumínio, proporcionando melhores propriedades sem ocorrer mudanças nas propriedades físicas, principalmente na condutividade térmica elétrica (MARTÍNEZ, 1998). Atualmente, vem permitindo a obtenção de materiais compósitos, compostos intermetálicos (HWANG, 2000, HASHII, 1999, DA COSTA, 1998), fases nanocristalinas, fases nanovítreas e, soluções sólidas amorfas de ótima qualidade (LIN, 2000, RODRIGUEZ, 2000, HOCHREITER, 1993).

O processo é geralmente realizado em um moinho de bolas de alta energia, como moinhos vibratórios ou do tipo atritor, por exemplo (BENJAMIN, 1992). O atual

processo de moagem mecânica de alta energia começa com a mistura dos pós na proporção correta e sua colocação no jarro de processamento de moagem juntamente com os meios de moagem (geralmente pequenas esferas de aço). A moagem ocorre pelo tempo desejado. Assim, os componentes importantes do processo de moagem mecânica são as matérias-primas, o moinho e as variáveis do processo (SURYANARAYANA, 2001).

O processo de moagem de alta energia é baseado nas seguintes etapas que ocorrem no estado sólido (CAMPOS, 2005):

Estágio 1: durante a colisão das esferas, as partículas que estão retidas entre as duas superfícies, ficam esmagadas, como se as duas superfícies fosse “microforjas”. Partículas achatadas com o formato de flocos podem ser então formadas.

Estágio 2: a partícula resultante, em formato de floco, possui uma maior superfície favorecendo a soldagem a frio das partículas e microestruturas lamelares são formadas. Um acréscimo do tamanho das partículas normalmente ocorre nesse estágio.

Estágio 3: com a continuação do processo de moagem, partículas criadas inicialmente passam a diminuir de tamanho, devido ao encruamento que o trabalho a frio causa. Assim os mecanismos de fratura passam a ser mais atuantes.

Estágio 4: os mecanismos de soldagem a frio e fratura encontram o equilíbrio, onde a dureza e o tamanho da partícula tendem a se estabilizar. Há a consolidação das partículas compósitas, atingindo um estado homogêneo em todas as partículas.

2.5. COMPACTAÇÃO DO PÓS

Com a compactação, obtém-se uma peça com formato final aproximado ao da peça a ser fabricada, que é denominada compactado verde. Trata-se de um produto muito frágil, que pode se esfarelar com o simples manuseio inadequado. Ressalte-se a importância do projeto da peça, tendo em vista que pode ocorrer a formação da zona neutra nessa etapa, assim considerada a região na qual as partículas experimentaram menos forças de compactação, gerando uma peça final heterogênea, com zonas de propriedades distintas. Determinados tipos de peça, com geometria diferenciada, são inviáveis justamente em razão da formação de zonas neutras (CHIAVERINI, 1986).

A compactação a frio em matriz fechada é um processo relativamente simples de se aplicar na prática, mas difícil de analisar teoricamente. Pode-se dividir o comportamento dos pós, quando submetidos à compressão, em três estágios (KNEWITZ, 2009): as partículas de pó são rearranjadas de modo a eliminar parcialmente a formação de vazios; deformação plástica das partículas, etapa que depende de características do pó como ductilidade e porosidade de partícula; fratura das partículas devido à sua fragilização pelo encruamento imposto na deformação.

O método mais utilizado para compactação é a compactação em matriz, sendo representado pela compactação de duplo efeito (Figura 4). Este sistema é utilizado pressionando as peças com forças a partir de duas direções, produzindo peças com densidade mais uniforme (COLTON, 2009 APUD BITTENCOURT, 2012).

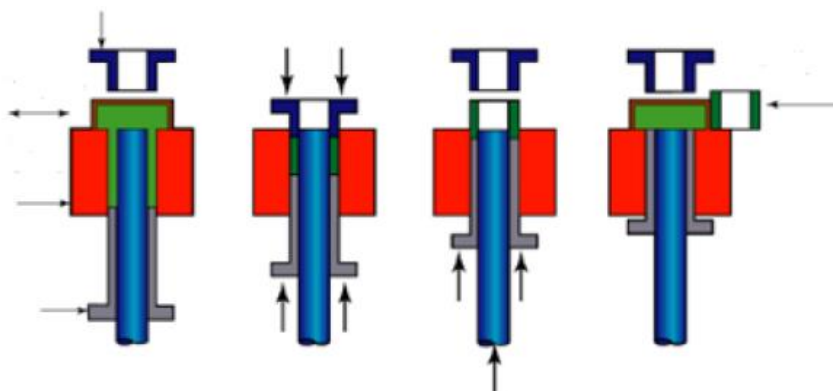


Figura 4. Sequência da compactação de duplo efeito (COLTON, 2009 APUD BITTENCOURT, 2012).

Um pó pode ter diversas compressibilidades, sendo afetada por diversos fatores como (KNEWITZ, 2009): dureza do metal ou da liga metálica sob compactação; forma da partícula, geralmente quanto mais irregular for a partícula, menor a sua compressibilidade; porosidade da partícula: se for caracterizada por possuir poros internos finos, durante a compactação elas podem reter ar no seu interior, prejudicando a compressibilidade; uma boa composição granulométrica favorece a compressibilidade dos pós metálicos; substâncias não-metálicas, tais como óxidos não reduzidos, reduzem a compressibilidade, devido sua dureza e baixa gravidade específica; a compressibilidade é igualmente afetada pela presença de lubrificantes sólidos, devido seu baixo peso e o volume que ocupa na massa de pó; a adição de elementos de liga tais como grafita e enxofre geralmente prejudicam a compressibilidade.

Depois de compactado o material passa pelo processo de sinterização. Este, consiste no processo final da técnica da metalurgia do pó, sendo de extrema importância, pois constitui a fase final do ciclo da consolidação dos pós metálicos. A sinterização consiste em aquecer o compactado à verde em temperaturas elevadas, porém inferior ao ponto de fusão do metal ou do principal constituinte da liga metálica considerada.

Após a etapa de compactação dos pós, os mesmos precisam adquirir resistência mecânica suficiente para suportar determinada carga, dependendo da aplicação do material produzido. A sinterização consiste na aplicação de calor que favorecerá mudanças microestruturais de um dado material (FERNANDES, 2014).

Com a retração e densificação do material, há uma melhoria significativa nas propriedades mecânicas do mesmo, como dureza, resistência e ductilidade. Estas modificações de propriedades são funções da modificação da microestrutura presente no material durante a sinterização (BINDER, 2009).

A força motriz para a sinterização é a diminuição da energia livre presente no sistema ($\Delta \text{Gibbs} < 0$) através da (BINDER, 2009):

1. Diminuição da superfície livre específica, presente na superfície das partículas de pós, gerando pontos de contato e continuidade de matéria;
2. Eliminação dos defeitos de rede fora do equilíbrio termodinâmico, presentes na forma de discordâncias, defeitos de ponto e outros defeitos de rede cristalina;
3. Eliminação de heterogeneidades em sistemas multicomponentes, em termos de homogeneização química, ou seja, eliminação de gradientes de composição.

2.6. APLICAÇÕES DE COMPÓSITOS

Abaixo estão descritos alguns exemplos onde a utilização de materiais compósitos já está bem difundida, tendo atualmente um campo bem abrangente de atuação, como podemos ver a seguir.

1. Filtros sinterizados: são usados em aplicações industriais variadas que requerem resistência quando submetidas a altas temperaturas e resistência mecânica e

química (ex. óleos minerais e combustíveis, filtragem de gases etc.). São também utilizados como válvula corta chamas e abafadores de ruído. São fabricados em bronze, níquel, aços inoxidáveis, titânio e outros (SCHAERER, 2006);

2. Mancais auto lubrificantes: As principais características da sinterização é ajudar o controle da porosidade do produto final. Tal característica é bastante relevante para a produção de mancais auto lubrificantes. A porosidade contida no mancal pode ser preenchida com óleo, para possibilitar uma lubrificação permanente entre o eixo e o mancal (MELCHORS, 2010);

3. Baterias: Utilizam níquel poroso nos acumuladores cádmio-níquel e nas pilhas (SCHAERER, 2006);

4. Próteses: Implantes cirúrgicos são encobridos com liga porosa (à base de Co-Ti), permitindo a penetração do tecido ósseo nos poros, assegurando, desse modo, boa ligação com o implante (MELCHORS, 2010);

5. Materiais especiais: São ligas, tais como a W90-Cu-Ni, que não permitem fabricação industrial em razão da alta densidade (18 g/cm^3) e do alto ponto de fusão (3410°C), além de outras características. Possuem, também, alto poder de absorver radiações, destacando o seu uso no setor nuclear, bem como para blindagens (setor militar) (SCHAERER, 2006);

6. Discos de freio e embreagem: São feitos tendo por base liga de ferro-cobre ou cobre, às quais agentes de atrito (SiO_2 , SiC , AlO_3) e agentes lubrificantes (C, Pb, MoS_2) são adicionados (MELCHORS, 2010);

7. Metal duro: O carboneto metálico tem importância no campo das peças de desgaste, ferramentas de corte e brocas para perfuração de rochas. Em tais ferramentas, adapta-se o metal duro às partes cortantes, na forma de pastilha. Nessas pastilhas, existe dureza elevada, que praticamente se iguala à do diamante, suportando temperaturas de até 1.000°C sem sofrer perda de corte (SCHAERER, 2006).

2.7. COMPÓSITOS DE MATRIZ METÁLICA (CMM'S)

Os CMM são materiais produzidos de uma matriz metálica baseada em ferro, níquel ou cobalto e fases duras dispersas, tais como carbeto, nitreto ou boretos. Isto oferece mais liberdade para projetar materiais com propriedades específicas, particularmente a resistência ao desgaste ou dureza. Além disso, técnicas de metalurgia do pó podem ser usadas para adaptar o tamanho da partícula, a distribuição e o teor das fases duras para o sistema de desgaste em grande escala (IULIANO ET AL., 1998).

Um compósito é um material de duas ou mais fases distintas fisicamente e/ou quimicamente. Geralmente tem características que são superiores à de cada componente individualmente. O reforço geralmente se apresenta na forma de partículas, fibras curtas ou fibras contínuas. Compósito de matriz metálica idealmente combina a alta dureza de cerâmicas com a ductilidade de metais. Apresenta uma extensa faixa de aplicações, como uso em componentes automotivos e aeroespaciais, materiais para uso em produção farmacêutica e alimentar (LEMSTER ET AL., 2005).

Também, os materiais compósitos de matriz metálica têm muitas vantagens sobre os materiais convencionais, tais como: maiores limites de resistência mecânica e módulo de elasticidade, melhores propriedades a altas temperaturas, baixo coeficiente de expansão térmica e melhor resistência ao desgaste. Devido a apresentar tais propriedades, estes materiais podem ser usados em um grande número de aplicações (JESUS, 1998).

2.8. INSERÇÃO DE CARBETOS EM MATRIZ METÁLICA

Os carbeto dos metais de transição (TmC , $Tm=Nb$, Ta , Ti , etc.) são um grupo especial de componentes. Eles exibem algumas propriedades extraordinárias tais como, alta dureza e excelente resistência a alta temperatura (XIANG ET AL., 2006). Os carbeto de nióbio e de tântalo são materiais cerâmicos que devido às suas propriedades, podem ser utilizados para fins estruturais, em componentes de motores automotivos, refratários, dentre muitas outras aplicações (PAULO, 2003).

O carbeto de tântalo (TaC) é um composto cristalino refratário com estrutura empacotada e o carbono ocupa sítios intersticiais específicos dentro da estrutura cristalina. A natureza intersticial da estrutura leva a uma combinação de ligações metálica, covalente e iônica. Como resultado, este carbeto exibe as propriedades físicas de cerâmicas e as propriedades eletrônicas de metais, ou seja, alta dureza e resistência

com alta condutividade térmica e elétrica. Além disso, ele apresenta altíssimo ponto de fusão (aproximadamente 3880 °C), alta dureza (9-10, dureza Moh a 25 °C), resistência a choque térmico, excelente resistência à oxidação e alta estabilidade térmica e química (SILVESTRONI ET AL., 2012). O TaC é produzido aquecendo até a temperatura de 1540 °C misturas de pentóxido de tântalo e carbono.

O carbeto de nióbio (NbC) possui propriedades únicas, como alto ponto de fusão (3610 °C), micro dureza (acima 235 GPa), módulo de Young ($3,38 \times 10^{-5}$ N/mm²), coeficiente de expansão térmica ($6,65 \times 10^{-6}$ K⁻¹), excelente estabilidade química e boa resistência ao desgaste. Com isso, tem recebido grande atenção sendo muito utilizado como fase para melhoria das propriedades do material sinterizado. É produzido com o aquecimento do metal puro, ou de seu óxido, com carbono, ocorrendo no estado sólido e requer altas temperaturas (1600-1800°C).

2.9. NÍQUEL

É um metal de transição de coloração branco-prateada, bom condutor de eletricidade e calor, dúctil e maleável, porém não pode ser laminado, polido ou forjado facilmente e apresenta certo caráter ferromagnético (PAGANINI, 2007 APUD MARTINS, 2010).

O níquel é encontrado em minerais de sulfetos, silicatos, arsenetos e oxidados. A concentração desse metal em uma área bem definida é relativamente pequena na crosta terrestre. Os depósitos minerais que são explorados de acordo com suas reservas constituem fontes de suprimento das demandas existentes. A Rússia é o maior produtor, seguido pela Indonésia, Austrália, Canadá e Filipinas (RAMOS, 2014).

O níquel é um elemento químico de simbologia Ni e número atômico 28. Seu peso atômico é 58,69 u.m.a. e sua massa específica a 20°C é 8,90 g/cm³. A estrutura cristalina deste elemento é cúbica de face centrada (CFC), e ele apresenta raio atômico de 0,125 nm e raio iônico de 0,069 nm, sendo +2 a valência mais comum. O ponto de fusão do níquel é aproximadamente 1455°C (CALLISTER, 2012).

Este metal pode ser obtido a partir de minérios sulfetados e minérios lateríticos (oxidados), que se apresentam nos ambientes mais superficiais. A maioria dos depósitos encontra-se hospedada em rochas ultramáficas, como peridotito e serpentinito, que são

rochas com baixa quantidade de quartzo e feldspato e alta quantidade de silicatos ferromagnesianos (GOONAN, 2009). É um metal bastante interessante quando é necessário certo nível de resistência à oxidação. Também, possui boas características mecânicas, sendo interessante como material estrutural (DUTEL ET AL., 2013).

Ainda, o níquel é um metal branco-prateado, dúctil, maleável, número atômico 28, densidade $8,902 \text{ g/cm}^3$, peso atômico 58,71 com grande resistência mecânica à oxidação e à corrosão (Figura 9). É um metal de transição e é muito usado sob a forma pura, para fazer a proteção de peças metálicas, pois oferece grande resistência à oxidação (IMBELLONI, 2013). O níquel é um dos metais mais importantes e versáteis da indústria. É um elemento de liga essencial em ferros fundidos, aços e ligas não ferrosas. O níquel também se destaca pela sua relativa resistência a oxidação e corrosão (TORRES, 2009). A Tabela 1 lista as propriedades básicas do níquel. O níquel é de muito interesse na área da metalurgia do pó, pois possui elevada pureza, podendo chegar a 99,95%, propriedades magnéticas, alta condutividade térmica e elétrica, baixo nível de oxidação e alta área superficial específica.

Tabela 1: Propriedades do níquel

| | |
|---|-------|
| Densidade (g/cm^3) | 8,50 |
| Temperatura de Fusão ($^{\circ}\text{C}$) | 1455 |
| Temperatura de ebulição ($^{\circ}\text{C}$) | 2913 |
| Condutividade elétrica ($10^9/\text{m}.\Omega$) | 14,38 |
| Condutividade térmica (w/m.K) | 91,2 |
| Módulo de Young (GPa) | 207 |
| Dureza (HV) | 64 |
| Estrutura cristalina | CFC |

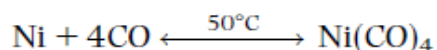
Fonte: Asm specialty handbook (2000).

Os dois principais processos para produção de pós finos de níquel são o processo carbonila e a técnica hidro metalúrgica. Na técnica hidro metalúrgica, a principal etapa de separação metal-parte não aproveitável da massa de uma jazida mineral envolve reações de dissolução do mineral-minério. Onde a redução de uma solução de um sal de níquel com hidrogênio sobre pressão é realizada (chamado processo *Sherritt*) (NABOYCHENKO ET AL. 2004).

Entretanto, apesar desse processo produzir níquel com alta pureza, mas o tamanho do pó produzido por essa redução é tipicamente grande (na ordem de $100\mu\text{m}$). O processo comercial preferível para produção de pós finos é o método carbonila, o qual é

um método altamente seletivo e capaz de produzir pós uniformes de tamanho de partículas na faixa de 4 m (CARNEY ET AL., 2006).

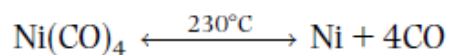
Em 1889, Ludwig Mond e colaboradores desenvolveram a manufatura de pós de níquel. Observaram que monóxido de carbono na pressão atmosférica e em temperatura entre 40 e 100°C reage com níquel ativo para formar um gás incolor e níquel tetracarbonila (Equação 1) (NABOYCHENKO ET AL. 2004).



Equação 1: Formação da tetracarbonila.

A reação de formação do níquel tetracarbonila é altamente exotérmica, com valor de entalpia da reação $\Delta H = - 160,4 \text{ kJ/(g.mol)}$. Também, a conversão do níquel para níquel tetracarbonila depende primariamente da pressão parcial de monóxido de carbono presente. Por conseguinte, uma alta taxa de conversão do níquel comercial requer um sistema de remoção de calor grande.

Além disso, mostraram que a reação é facilmente reversível pelo aquecimento do níquel tetracarbonila em temperaturas na faixa de 150-300°C, de acordo com a equação 2.



Equação 2: Formação do níquel a partir da tetracarbonila.

3. MATERIAIS E MÉTODOS

Nesta seção, serão apresentados os materiais e métodos empregados para o desenvolvimento dos compósitos de Ni-TaC (NT), Ni-NbC (NN) e Ni-TaC-NbC (NTN), bem como, a descrição de todas as composições, condições de moagem, compactação e sinterização na técnica usual em forno resistivo em atmosfera de vácuo. Além disso, serão apresentadas as técnicas empregadas para caracterizar as amostras.

O procedimento experimental aqui executado seguiu a rota da metalurgia do pó, com suas fases bem definidas: sinterização, caracterização microestrutural e análise de dureza. As preparações das misturas foram realizadas utilizando a moagem dos pós de partida, com as quantidades dos elementos bem definidos, inseridos no moinho de bolas planetário.

3.1. MATERIAIS DE PARTIDA

Os materiais utilizados foram pó de níquel carbonila com tamanho médio de partículas de 19,55 μm e carbetos de tântalo e nióbio.

3.1.1. CARACTERIZAÇÃO DOS PÓS DE PARTIDA

3.1.1.1. DISTRIBUIÇÃO DE TAMANHO DE PARTÍCULAS

Para mensuração dos valores de diâmetro médio de partícula do níquel carbonila e dos carbetos de tântalo e nióbio utilizou-se um analisador a laser da marca CILAS 1090 do Laboratório de solidificação rápida – LSR da UFPB.

3.1.1.2. MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV)

Para captação das imagens o microscópio eletrônico de varredura utilizado foi o modelo LEO 1430 da marca Zeiss, do Laboratório de solidificação rápida (LSR) – UFPB.

3.2. MISTURA E MOAGEM DOS PÓS

A mistura dos pós busca fazer a melhor dispersão possível entre as partículas dos pós, nas composições desejadas, evitando que se formem aglomerados, que afetam o processo de sinterização e as propriedades dos compósitos sinterizados. Com a moagem objetiva-se conseguir a redução do tamanho de partículas e principalmente inserir partículas duras de carbetos na matriz metálica, dando origem ao compósito.

As partículas de TaC e NbC foram misturados para formar seus respectivos compósitos com o níquel por meio de um moinho de bolas planetário FRITTSCH PULVERISETTE com capacidade rotacional máxima de 360rpm, constituído por 4 suportes de fixação. Os pós foram misturados à seco dentro das jarras desse moinho, visando obter melhor homogeneidade e redução de tamanho de partículas. Foi utilizado a razão de esferas/pós de 10:1.

Na tabela 2 é apresentada as nomenclaturas para as composições, variando a porcentagem em volume de carbetos no pó de níquel, que foram utilizadas nesse trabalho.

Tabela 2: Porcentagens em volume dos carbetos em cada amostra.

| | Ni | NT4 | NT8 | NT12 | NN4 | NN8 | NN12 | NTN4 | NTN8 | NTN12 |
|----------------|----|-----|-----|------|-----|-----|------|------|------|-------|
| TaC (%) | 0 | 4% | 8% | 12% | 0 | 0 | 0 | 4% | 8% | 12% |
| NbC (%) | 0 | 0 | 0 | 0 | 4% | 8% | 12% | 4% | 8% | 12% |

Na tabela 3 estão descritos os pesos em gramas para todas as composições estudadas.

Tabela 3: Valores em peso para cada amostra de 10 gramas.

| | Ni | NT4 | NT8 | NT12 | NN4 | NN8 | NN12 | NTN4 | NTN8 | NTN12 |
|----------------|----|------|------|------|------|------|------|------|------|-------|
| TaC (g) | 0 | 0,64 | 1,28 | 1,92 | 0 | 0 | 0 | 0,62 | 1,22 | 1,82 |
| NbC (g) | 0 | 0 | 0 | 0 | 0,29 | 0,58 | 0,88 | 0,28 | 0,55 | 0,82 |
| Ni (g) | 0 | 9,36 | 8,72 | 8,08 | 9,71 | 9,42 | 9,12 | 9,10 | 8,22 | 7,36 |

Após pesagem das amostras, cada compósito foi colocado em uma jarra do moinho e colocada em moagem por 2 e 4 horas, em uma frequência de rotação de 2000 Hz, programado no moinho de bolas, representando em torno de 360 rpm. Com isso foram obtidas as amostras: NT4 2 horas, NT4 4 horas, NT8 2 horas, NT8 4 horas e assim por diante, para todos os compósitos.

Figura 5: Jarras do moinho de bolas com as esferas e a amostra



3.3. ANÁLISE DE TAMANHO DE PARTÍCULAS DAS AMOSTRAS

Para mensuração dos valores de diâmetro médio de partícula das amostras obtidas após a mistura, utilizou-se o mesmo analisador já dito anteriormente. O resultado desse teste mostrou o quão eficiente foi a moagem, já que o objetivo desta é reduzir o tamanho de partículas e homogeneizar a mistura.

Durante a moagem nesse tipo de moinho ocorre fraturas dos pós e solda fria (encruamento). Esta é indesejável e pode levar a um aumento no tamanho de partículas. Para a moagem ocorrer de forma adequada é necessário que as fraturas dos pós superem o processo de soldagem fria que ocorre. Quando isso ocorre, teremos uma adequada moagem com redução no tamanho médio das partículas.

3.4. COMPACTAÇÃO DAS AMOSTRAS E DENSIDADE À VERDE

As amostras, após passarem pelo processo de moagem, foram compactadas na prensa hidráulica Bovenau - P15000 com pressão de compactação aplicada de 600 MPa,

sobre uma matriz de 10 mm de diâmetro, ao qual foram colocadas 3 gramas da mistura de pós.

A densidade à verde é a densidade que a amostra obtém assim que compactada, antes da sinterização. Esse valor foi obtido utilizando o método geométrico.

A densidade é dada por:

$$d = \frac{m}{V}$$

Equação 3: Densidade

Foram calculadas essas grandezas para obter o valor da densidade. Para obter a massa, a amostra foi pesada em uma balança de precisão SHIMADZU, modelo AY220, com resolução de 0,001 gramas. Para obtenção do volume, utilizou-se o fato da amostra ter formato cilíndrico e aplicou-se o método geométrico. Foram realizadas 3 medidas para cada amostra, sendo estas a altura e diâmetro, utilizando paquímetro digital 150 mm Aço Inox 316119 mtX de resolução 0,01 mm e realizado a média. Esse valor foi usado para calcular o volume de um cilindro, que é dado por:

$$V = \pi \cdot \left(\frac{D}{2}\right)^2 \cdot h$$

Equação 4: Volume do cilindro

3.5. SINTERIZAÇÃO DAS AMOSTRAS

A sinterização foi realizada em forno tubular convencional com uma taxa de aquecimento de 8°C/min (1h patamar), até atingir a temperatura de 1150°C, que se mantém até garantir que os compostos se unam de forma adequada. O processo foi realizado formando vácuo na atmosfera e com a presença de um metal de sacrifício, para garantir que o oxigênio não atacasse a amostra, o que levaria a formação de óxidos superficiais nas peças, comprometendo-a.

3.6. DENSIDADE DO SINTERIZADO

A amostra depois de passar pela sinterização, adquire as propriedades mecânicas finais do compósito. Durante o processo, os materiais que compõem a amostra ligam-se fortemente, levando a uma maior compactação. Com a redução do volume e mantendo-se a mesma massa da amostra, ocorre um aumento da densidade. Por isso é necessário obter a nova densidade da amostra, pois se não for superior a amostra com densidade à verde, indica que a sinterização não foi realizada de maneira efetiva.

Para obter a densidade do sinterizado utilizou-se também o procedimento geométrico.

3.7. CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL

A observação microestrutural leva em conta a distribuição e dispersão das partículas de carbetos na matriz de níquel, a presença de algumas formas de aglomerados (*clusters*) de carbetos e de poros existentes na microestrutura, bem como possíveis contaminações. As análises foram feitas após a preparação metalográfica com sequência das seguintes lixas: 220, 240, 400, 600 e 1200 mesh, seguido de polimento durante 1 minuto com Alumina 3 micrometros e o ataque químico realizado com o agente Marble.

A caracterização microestrutural das amostras foi feita utilizando um microscópio eletrônico de varredura (MEV) LEO, modelo 1430, acoplado a uma sonda OXFORD para EDS modelos 7353, do laboratório de solidificação rápida (LSR), da UFPB.

3.8. DUREZA DAS AMOSTRAS

As amostras foram testadas mecanicamente com o auxílio do durômetro PanTec, modelo RASN RS, do LSR, UFPB, para a realização da dureza Rockwell. Na ocasião foram realizados 7 indentações em cada amostra, em diferentes regiões, uma vez que existe a possibilidade de pontos de clusters e feito o cálculo do valor de dureza pela média dos valores obtidos.

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1. ANÁLISE DE TAMANHO DE PARTÍCULAS

A distribuição de tamanho de partículas é afetada durante a moagem de alta energia pela tendência das partículas pequenas de se soldarem e partículas grandes de se fraturarem sob condições de estado estacionário (SURYANARAYANA, 2001).

4.1.1. COMPÓSITOS FORMADOS PELA MATRIZ DE NÍQUEL COM REFORÇO DE CARBETO DE TÂNTALO (NT4, NT8 E NT12)

Os resultados de análise de tamanho de partículas (Tabela 4) mostraram que o aumento do tempo de moagem, para uma mesma porcentagem em volume, não necessariamente representa uma redução no tamanho médio de partículas.

Tabela 4: Diâmetro médio das amostras de níquel – carbeto de tântalo.

| Amostras | Ni | NT4 | NT4 | NT8 | NT8 | NT12 | NT12 |
|--|-------------|------------|------------|------------|------------|-------------|-------------|
| | puro | 2h | 4h | 2h | 4h | 2h | 4h |
| Diâmetro médio (μm) | 19,55 | 20,41 | 6,35 | 13,18 | 32,31 | 11,82 | 30,06 |

As amostras de NT4 seguiram o esperado, reduzindo o tamanho médio de partículas à medida que se elevou o tempo de moagem de 2 horas para 4 horas. A curva de distribuição de tamanho de partícula do NT4 2 horas e NT4 4 horas são mostradas nas Figuras 6 e 7, respectivamente.

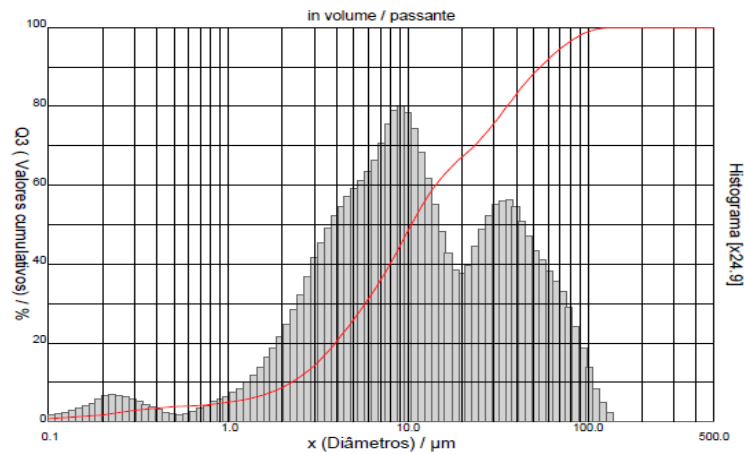


Figura 6: Distribuição do tamanho de partículas do NT4 2 horas.

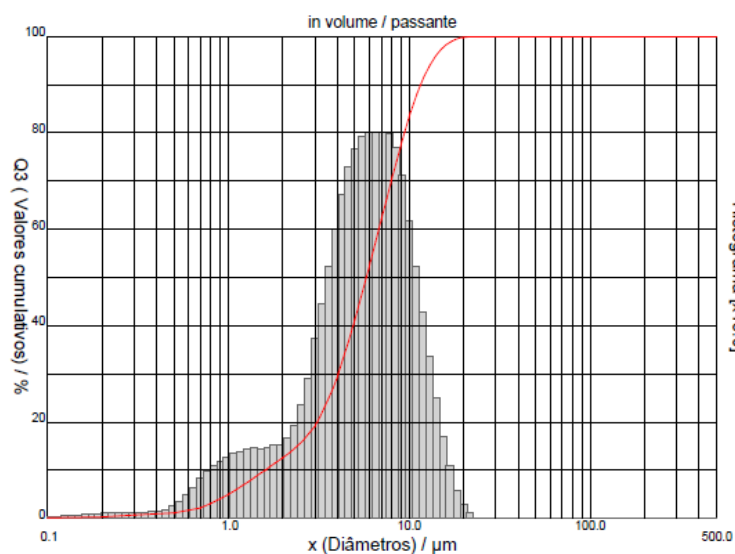


Figura 7: Distribuição do tamanho de partículas do NT4 4 horas.

Conforme já dito, o fato de reduzir o tamanho médio de partículas após a moagem é ligado ao fato de haver mais fraturas que encruamentos, durante os choques das esferas com os pós, o que foi constatado na amostra em questão. Esse menor tamanho de partículas indica uma maior tendência de compactação das amostras, o que pode representar melhores propriedades mecânicas.

As amostras NT8 e NT12 seguiram o caminho oposto, aumentando consideravelmente seu tamanho médio de partículas a medida que se aumentou o tempo de moagem. As Figuras 8, 9, 10 e 11 mostram suas distribuições de partículas.

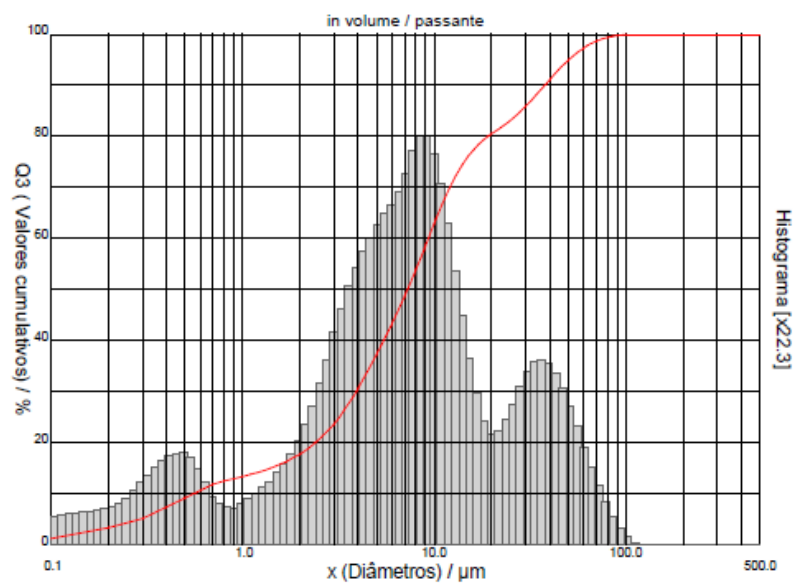


Figura 8: Distribuição do tamanho de partículas do NT8 2 horas.

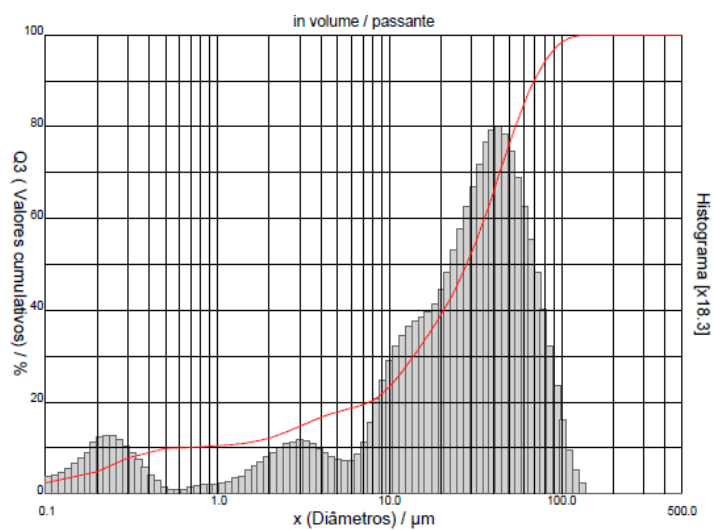


Figura 9: Distribuição do tamanho de partículas NT8 4 horas.

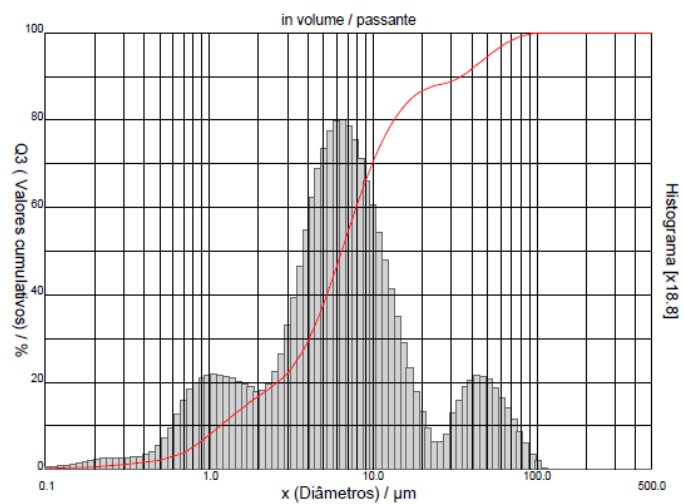


Figura 10:Distribuição do tamanho de partículas NT12 2 horas

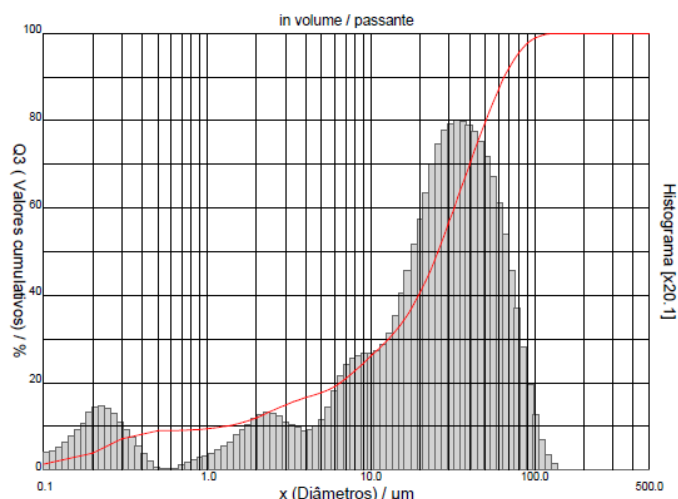


Figura 11: Distribuição do tamanho de partículas NT12 4 horas.

Para o tempo de 4h é sugerido que houve uma aglomeração de pó durante a moagem, fato ocorrido tanto nas amostras de NT8 quanto NT12. Isso pode ser atribuído à soldagem a frio, sofrido pelas partículas, devido ao choque mecânico entre as partículas dos pós, provocado pelas esferas do moinho. Tais modificações no tamanho da partícula podem influenciar na compactação da amostra e, posteriormente, na sinterização.

4.1.2. COMPÓSITOS FORMADOS PELA MATRIZ DE NÍQUEL COM REFORÇO DE CARBETO DE NIÓBIO (NN4, NN8 E NN12)

Os resultados para análise do tamanho de partículas para os compósitos de níquel com reforço de carbetto de nióbio são mostrados na tabela 5.

Tabela 5: Diâmetro médio das amostras de níquel – carbetto de nióbio.

| Amostras | Ni | NNB4 | NNB4 | NNB8 | NNB8 | NNB12 | NNB12 |
|--|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| | puro | 2h | 4h | 2h | 4h | 2h | 4h |
| Diâmetro médio (μm) | 19,55 | 26,61 | 37,13 | 20,80 | 34,55 | 19,47 | 36,89 |

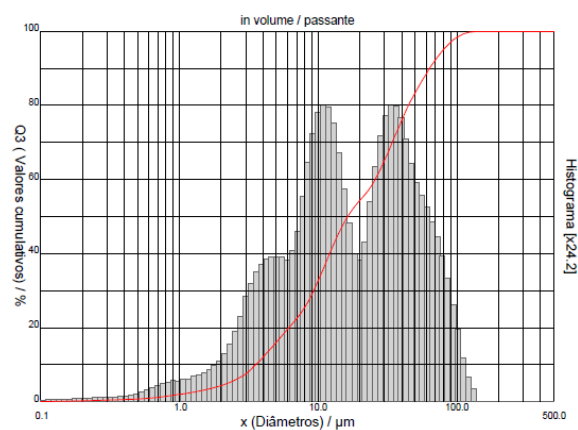


Figura 12: Distribuição do tamanho de partículas NN4 2 horas.

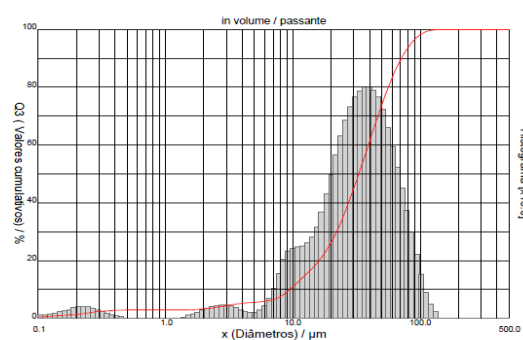


Figura 13: Distribuição do tamanho de partículas NN4 4 horas.

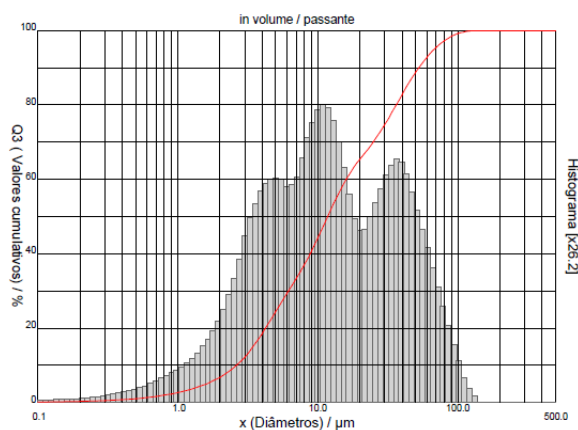


Figura 14: Distribuição do tamanho de partículas NN8 2 horas.

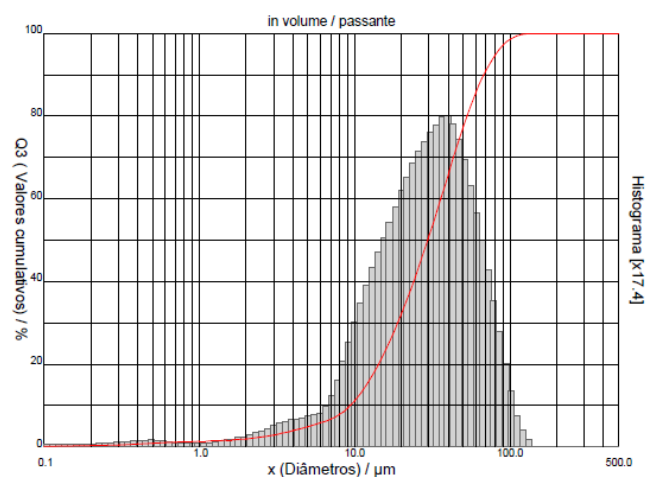


Figura 15: Distribuição do tamanho de partículas NN8 4 horas.

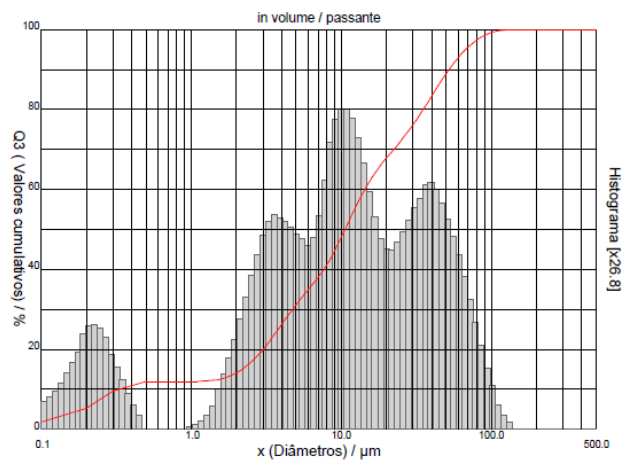


Figura 16: Distribuição do tamanho de partículas NN12 2 horas.

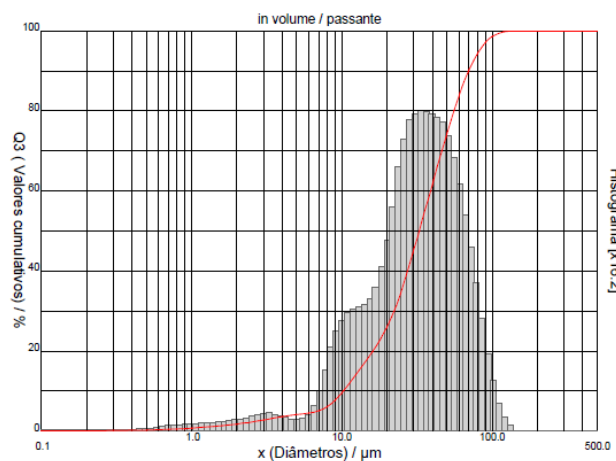


Figura 17: Distribuição do tamanho de partículas NN12 4 horas.

As amostras com carbeto de nióbio seguiram o mesmo padrão em todos as porcentagens em volume, aumentando o tamanho médio de partículas à medida que se aumentou o tempo de moagem. Isso mostra que os parâmetros utilizados para realizar a moagem das amostras de níquel com carbeto de nióbio não foram adequadas, pois em todos os casos ou ficaram praticamente o mesmo tamanho ou aumentaram, mostrando que houve aglomeração das partículas.

Para as amostras com adição de 4% em volume de NbC houve um aumento no tamanho das partículas para o tempo de moagem de 2 horas quando comparado ao níquel puro, porém para 4 horas de moagem reduziram consideravelmente. Isso mostra que os compósitos NN4 alcança melhor padrão de moagem, nesses parâmetros, com 4 horas de moagem. As amostras com 8% e 12% em volume de NbC aglomeraram quando submetidas ao tempo de moagem de 4h. Já com 2 horas de moagem, reduziram seus tamanhos de partículas quando comparado ao níquel puro, o que indica melhor condição de moagem.

4.1.3. COMPÓSITOS FORMADOS POR NÍQUEL COM REFORÇO DE CARBETO DE TÂNTALO E CARBETO DE NIÓBIO (NTN4, NTN8 E NTN12)

Os resultados para análise do tamanho de partículas para os compósitos de níquel com reforço de carbeto de nióbio são mostrados na Tabela 6.

Tabela 6: Diâmetro médio das amostras de níquel – carbeto de tântalo - carbeto de nióbio.

| Amostras | Ni | NTN4 | NTN4 | NTN8 | NTN8 | NTN12 | NTN12 |
|-----------------------------------|-------------|-------------|-------------|-------------|-------------|--------------|--------------|
| | puro | 2h | 4h | 2h | 4h | 2h | 4h |
| Diâmetro médio | 19,55 | 7,35 | 9,65 | 30,30 | 14,77 | 6,04 | 5,69 |
| (μm) | | | | | | | |

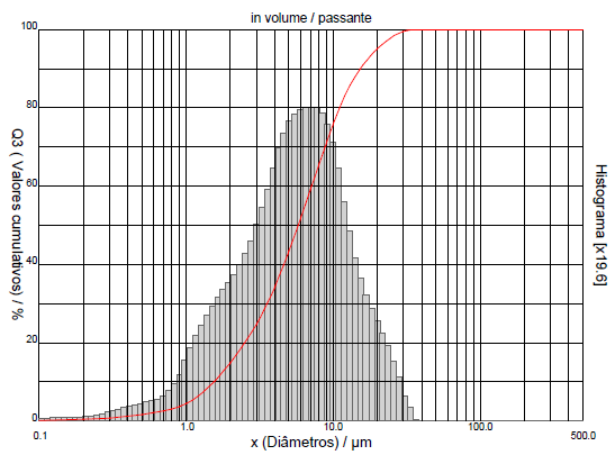


Figura 18: Distribuição do tamanho de partículas NTN4 2 horas.

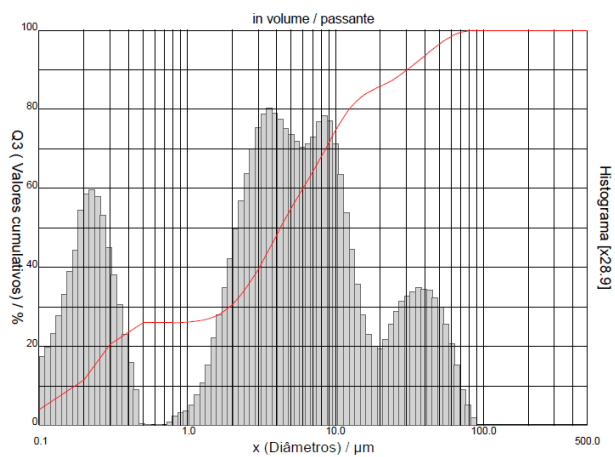


Figura 19: Distribuição do tamanho de partículas NTN4 4 horas.

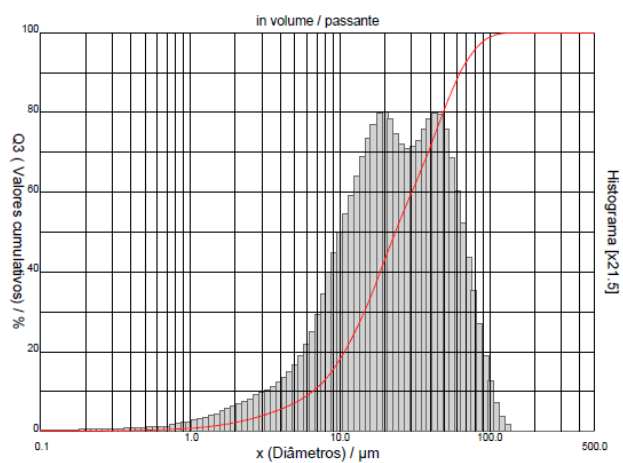


Figura 20: Distribuição do tamanho de partículas NTN8 2 horas.

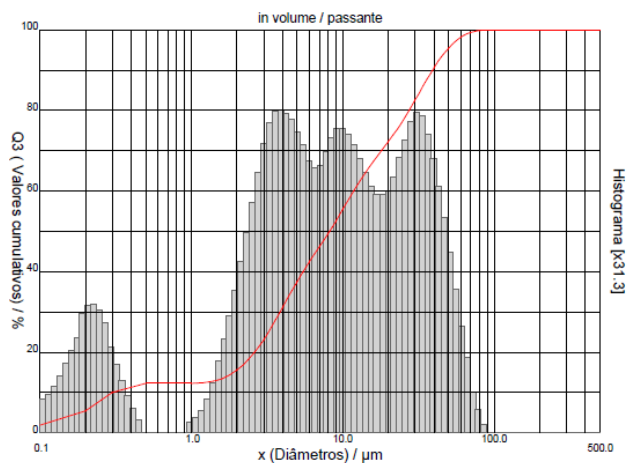


Figura 21: Distribuição do tamanho de partículas NTN8 4 horas.

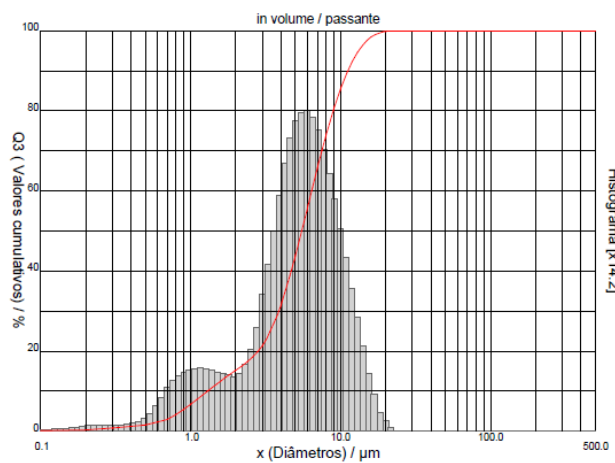


Figura 22: Distribuição do tamanho de partículas NTN12 2 horas.

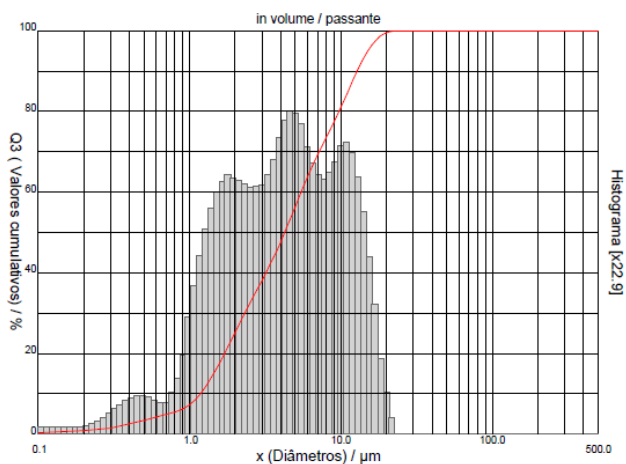


Figura 23: Distribuição do tamanho de partículas NTN12 4 horas.

As amostras com base de níquel e reforço de carvão de tântalo e carvão de nióbio seguiram padrões diferentes quando se variou a porcentagem em volume e o tempo de moagem. Para as amostras com 4% em volume, a medida que se aumentou o

tempo de moagem, houve um pequeno aumento de tamanho médio de partículas, demonstrando uma pequena aglomeração da amostra. Já para as amostras com 8% e 12% em volume tiveram uma redução no tamanho de partículas a medida que se aumentou o tempo de moagem, mostrando a não formação de aglomerados. Esses resultados sugerem melhorias durante a etapa de compactação e, conseqüentemente, nas propriedades das amostras após sinterização.

4.2. DENSIDADE DAS AMOSTRAS

Há duas medidas de densidade: Densidade à verde e densidade do sinterizado. A densidade à verde é medida após o processo de compactação, antes de serem comparados a amostra. Esses valores de densidade são feitos para posteriormente comparados com a densidade obtida após a sinterização, chamada de densidade após sinterizado, e mostrar se a sinterização realmente obteve seu papel, aproximando ainda mais as partículas dos pós, conferindo-lhes as propriedades mecânicas finais.

4.2.1. DENSIDADE À VERDE E DO SINTERIZADO DAS AMOSTRAS COM TEMPO DE MOAGEM DE 2 HORAS

4.2.1.1. AMOSTRAS COM MATRIZ METÁLICA DE NÍQUEL COM ADIÇÃO DO CARBETO DE TÂNTALO (NT4, NT8 E NT12), 2 HORAS DE MOAGEM

Os resultados obtidos para densidade à verde e após sinterizado das amostras com adição do carbetto refratário de tântalo em matriz à base níquel, com moagem de 2 horas, são mostrados na Figura 24.

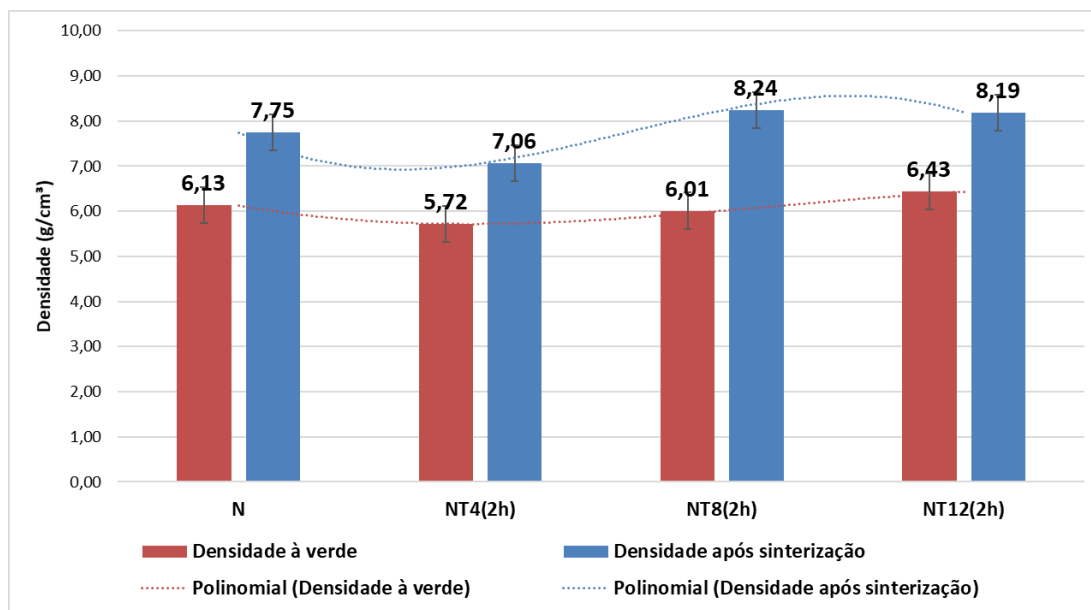


Figura 24: Gráfico das densidades das amostras à base de níquel com reforço de carbeto de tântalo, com tempo de moagem de 2 horas.

Todas as amostras aumentaram sua densidade após a sinterização, demonstrando que ocorreu um adequado processo, onde as partículas se ligaram fortemente, ocupando um menor volume no espaço, com a massa praticamente constante, daí o resultante aumento de densidade ($d = M/V$). Caso não ocorra um aumento de densidade após a sinterização, temos um forte indicio que algum dos parâmetros do processo de sinterização não está de acordo, como tempo de patamar, temperatura no patamar, velocidade de aquecimento, ou até agentes externos, como ataque do oxigênio na amostra, o que oxida os materiais, dificultando a sinterização da amostra.

Comparando os valores das densidades das amostras após as sinterizações, pode-se perceber que apenas a amostra de NT4 teve uma densidade final menor que o níquel puro. As amostras NT8 e NT12 obtiveram um bom aumento de densidade. É de se esperar que isso ocorra, pois como estamos adicionando um material de maior densidade ao níquel, ele tende a elevar o valor final de densidade da amostra.

A amostra NT4 possivelmente teve uma mistura não tão homogênea de suas partículas, que é reforçado pela análise de granulometria, que mostrou que ela teve o maior tamanho médio de partículas para o tempo de moagem de 2 horas, entre todas as amostras de NT. Assim, dificultando a compactação dos pós e interferindo no resultado da densidade após sinterização.

Ao contrário disso, tem-se nas amostras NT8 e NT12 uma redução de tamanho de partículas, que facilitaram o processo de compactação das amostras e posterior sinterização. Com isso, obtemos maiores valores de densidades das amostras. Essas densidades maiores indicam maior proximidade molecular. Logo, há maior volume de material em um mesmo espaço e, conseqüentemente, propriedades mecânicas superiores, tornando o material mais duro.

4.2.1.2. AMOSTRAS COM MATRIZ METÁLICA DE NÍQUEL COM ADIÇÃO DO CARBETO DE NIÓBIO (NN4, NN8 E NN12), 2 HORAS DE MOAGEM

As amostras com adição de carbeto de nióbio em matriz metálica à base de níquel obtiveram os resultados de densidades mostrados na Figura 25.

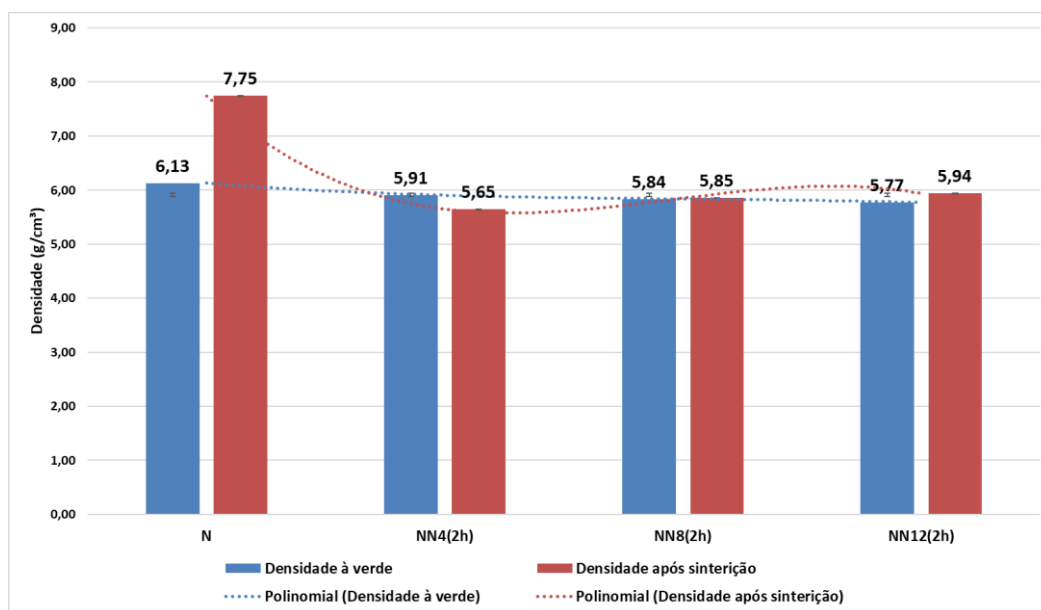


Figura 25: Gráfico das densidades das amostras à base de níquel com reforço de carbeto de nióbio, com tempo de moagem de 2 horas.

O carbeto de nióbio possui uma densidade menor que o níquel. Logo, é de se esperar que ocorra uma redução na densidade final das amostras. Porém, comparando a densidade à verde com após sinterização, deve-se ter um aumento, conforme ocorreu nos compósitos mostrados anteriormente.

Comparando-se os valores de densidade antes e após o processo de sinterização, é observado que a densidade das amostras NN8 e NN12 aumentaram os valores de suas densidades após sinterização, enquanto que a da amostra de NN4 diminuiu.

Amostras obtidas pela técnica da metalurgia do pó possuem poros/vazios que tornam a densidade menor, já que há uma menor massa em um mesmo volume. Quando ocorre a sinterização, esses vazios são diminuídos ou fechados, pois esse aquecimento leva a ligação das partículas da estrutura, diminuindo o volume e mantendo a massa. Isso leva ao aumento da densidade da amostra. No caso da NNb4 2 horas não pode ser observada esse fato. Isso indica algum defeito no processo de moagem ou de compactação, não levando a amostra a um aumento na densidade. O possível aparecimento de vazios nas amostras pode ocasionar perda de propriedades mecânicas. Nas demais amostras observou-se um aumento de densidade como esperado. O tempo de moagem pode ter sido um fator importante para tal, indicando que não é adequado esse tempo de moagem para os compósitos NNb4.

Outro resultado observado na Figura 25 é o aumento das densidades do sinterizado à medida que se aumentou a quantidade em volume de carbeto de nióbio, contrariando o que era esperado devido à baixa densidade desse carbeto. Isso pode indicar que o maior volume de nióbio levou a uma melhor homogeneidade durante a moagem, facilitando a subsequente compactação, levando ao menor aparecimento de porosidades após a sinterização. Uma linha de estudo válida posteriormente seria o aumento gradativo da porcentagem em volume de carbeto de nióbio na amostra e verificar até que ponto esse aumento de densidade é observado e, se realmente essa maior quantidade de carbeto de nióbio, facilita a mistura homogênea das amostras com matriz à base de níquel.

4.2.1.3. AMOSTRAS COM MATRIZ METÁLICA DE NÍQUEL COM ADIÇÃO DO CARBETO DE TÂNTALO E CARBETO DE NIÓBIO (NTN4, NTN8 E NTN12), 2 HORAS DE MOAGEM

As amostras com adição de carbeto de tântalo e carbeto de nióbio em matriz metálica à base de níquel obtiveram as densidades mostrados na Figura 26.

Como é de se esperar, as densidades dos sinterizados são maiores que as densidades à verde, validando o processo de sinterização. Nesse caso, observa-se um ótimo processo de sinterização quando se adiciona os dois tipos de carbetos.

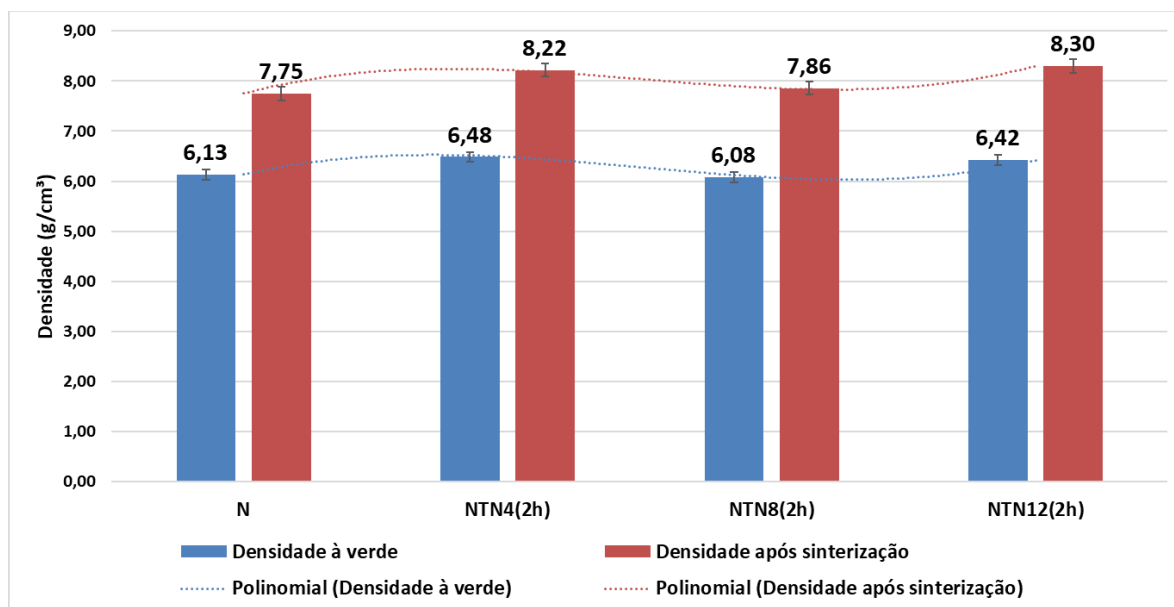


Figura 26: Gráfico das densidades das amostras à base de níquel com reforço de carbeto de tântalo mais carbeto de nióbio, com moagem de 2 horas.

As amostras NTN4 e NTN12 obtiveram as maiores densidades após a sinterização, devido as melhores ligações Inter partículas formadas durante o processo de sinterização. As compactações dessas amostras também obtiveram maiores êxitos, mostrados tanto nos resultados de densidade à verde quanto na análise por tamanho de partículas. Isso facilita no processo de sinterização, quando as amostras têm poros/vazios que vão sendo preenchidos a medida que se prossegue a sinterização.

4.2.2. DENSIDADE À VERDE E DO SINTERIZADO DAS AMOSTRAS COM TEMPO DE MOAGEM DE 4 HORAS

4.2.2.1. AMOSTRAS COM MATRIZ METÁLICA DE NÍQUEL COM ADIÇÃO DO CARBETO DE TÂNTALO (NT4, NT8 E NT12), 4 HORAS DE MOAGEM

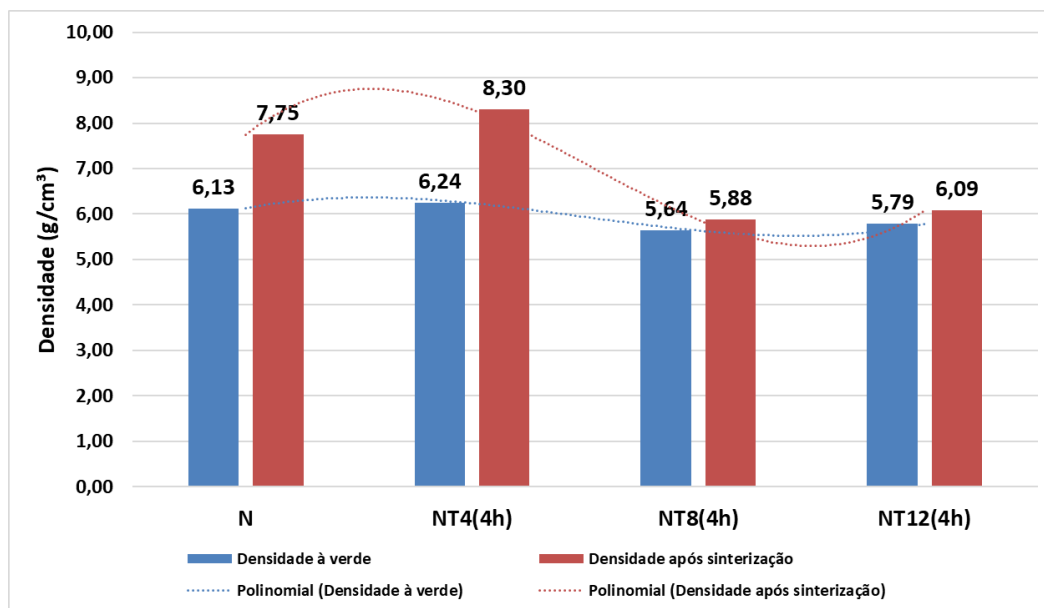


Figura 27: Gráfico das densidades das amostras à base de níquel com reforço de carbeto de tântalo, com moagem de 4 horas.

O processo de sinterização se mostrou válido para todas as amostras com reforço de carbeto de tântalo na matriz a base de níquel (Figura 27). Porém, diferente do que foi observado para essas amostras com tempo de moagem de 2 horas, a medida que se eleva a porcentagem em volume de carbeto de tântalo, ocorre um menor aumento de densidade após sinterização. Isso demonstra que o processo de fechamento dos poros não foi tão intenso nesse caso.

A compactação das amostras de NT8 e NT12 obtidas por 4 horas de moagem também não demonstram boa densidade à verde, sendo menor que a obtida quando feita com as mesmas amostras, porém obtidas com 2 horas de moagem. Na análise por tamanho de partículas já era demonstrada essa tendência, uma vez que essas amostras apresentaram um aumento considerável no tamanho médio de partículas. A amostra de NT4 obtida com 4 horas de moagem apresentou uma redução no tamanho médio de partículas na análise por tamanho de partículas, se comparada a amostra obtida com 2 horas de moagem. Isso indicaria uma melhor compactação, que realmente se comprovou após obter a densidade à verde das amostras.

4.2.2.2. AMOSTRAS COM MATRIZ METÁLICA DE NÍQUEL COM ADIÇÃO DO CARBETO DE NIÓBIO (NN4, NN8 E NN12), 4 HORAS DE MOAGEM

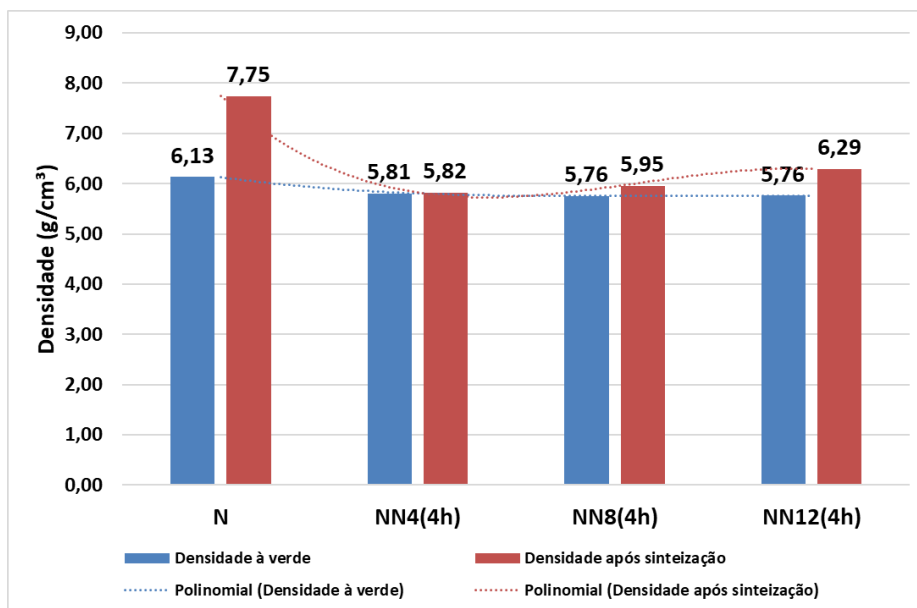


Figura 28: Gráfico das densidades das amostras à base de níquel com reforço de carbeto de nióbio, com tempo de moagem de 4 horas.

As amostras após sinterização mostraram um pequeno aumento nos valores das suas densidades, validando o processo como esperado. Essas amostras demonstraram pouca variabilidade de comportamento à medida que se elevou o tempo de moagem para obtenção. As densidades à verde e após sinterização ficaram em patamares muito próximos, principalmente para NN4. Comparando as três composições com a variação de tempo de moagem (2 e 4 horas) não se observam muitas variações de valores de densidades, demonstrando uma relação mais dependente com a composição do que com o tempo de moagem.

4.2.2.3. AMOSTRAS COM MATRIZ METÁLICA DE NÍQUEL COM ADIÇÃO DO CARBETO DE NIÓBIO (NTN4, NTN8 E NTN12), 4 HORAS DE MOAGEM

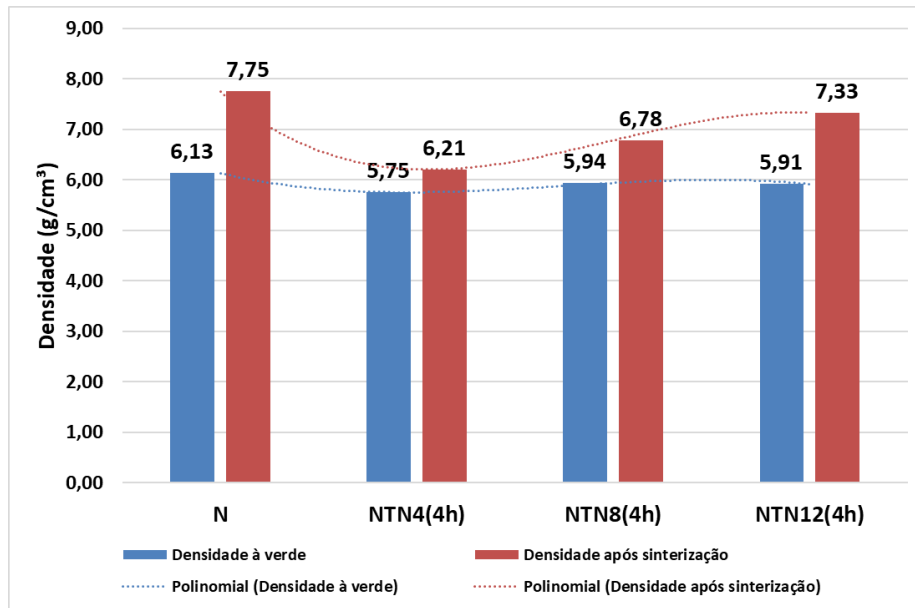


Figura 29: Gráfico das densidades das amostras à base de níquel com reforço de carbeto de tântalo mais carbeto de nióbio, com tempo de moagem de 4 horas.

As densidades após sinterização confirmam a validade do processo de redução dos vazios/poros nas amostras em questão. Porém com o aumento do % de carbeto houve um aumento nos valores das densidades, mostrando a total dependência da preparação da amostra com o tempo gasto misturando os pós.

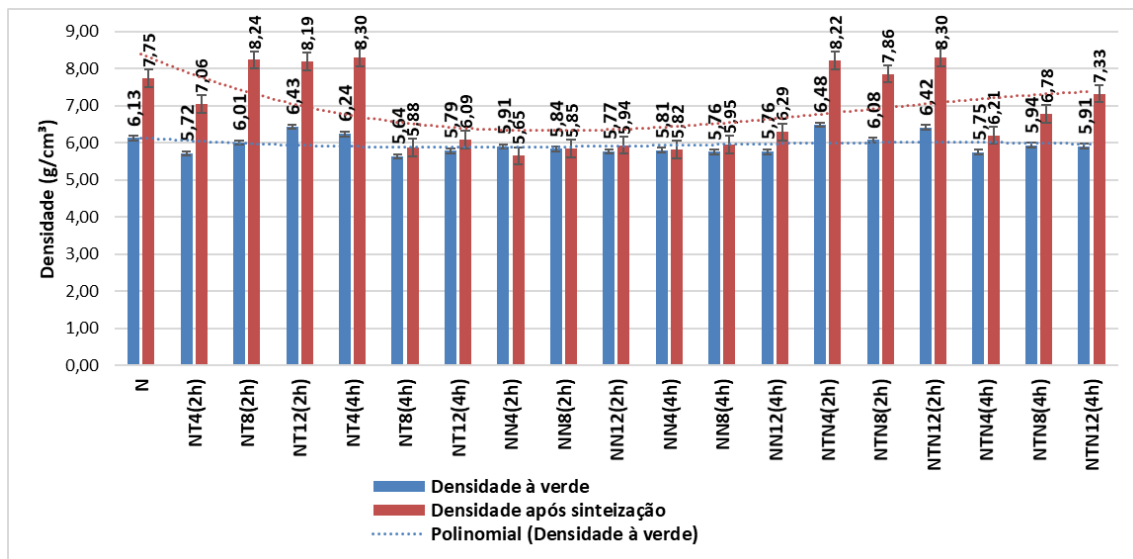


Figura 30: Gráfico das densidades de todas as amostras

Uma mesma composição nessas amostras com reforço de carbeto de tântalo e carbeto de nióbio na matriz a base de níquel, apresenta considerável modificação de

propriedades apenas mudando uma variável de preparação, nesse caso o tempo de moagem. Fato totalmente contrário ao que foi observado nas amostras com adição apenas de carbetos de nióbio, conforme explicado anteriormente. Essa tendência mostra que o aumento no tempo de moagem para essas amostras resulta em piores densidades, que podem significar propriedades mecânicas, como dureza, menores.

As amostras possuem densidades menor que o níquel puro e observa-se o aumento gradativo à medida que se aumentou a porcentagem em volume dos carbetos adicionados, com mesmo tempo de moagem. Era esperado que as amostras possuíssem valores de densidade intermediários: menor que a densidade do níquel puro, devido a presença de carbetos de nióbio com baixa densidade comparada ao níquel e maior que a densidade do carbetos de nióbio puro, devido a presença de carbetos de tântalo, que possui elevada densidade.

4.3. MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA

As imagens obtidas por MEV das amostras de NT4, NT8 e NT12 são mostradas na Figura 31. Comparando as micrografias obtidas por MEV da amostra de níquel puro sinterizado (Figuras 1 e 2) com as demais amostras pode-se perceber a considerável redução na porosidade do material. Isso diz respeito ao maior empacotamento causado pela adição do carbetos de tântalo na matriz de níquel. Com isso, espera-se que o material se torne mais duro e resistente, além de aumentar a densidade, uma vez que se tem mais material em um mesmo volume. Analisando a Figura 2 é perceptível uma boa dispersão dos carbetos na matriz de níquel, principalmente para a composição NT12. Mostrando que a mistura foi feita de forma adequada. Essa maior dispersão dos carbetos ocasiona uma maior uniformidade das propriedades do material. Percebe-se a forte tendência de que à medida que se aumenta a porcentagem em volume, por exemplo, do NT4 para o NT12, ter-se uma considerável melhoria na dispersão desses carbetos.

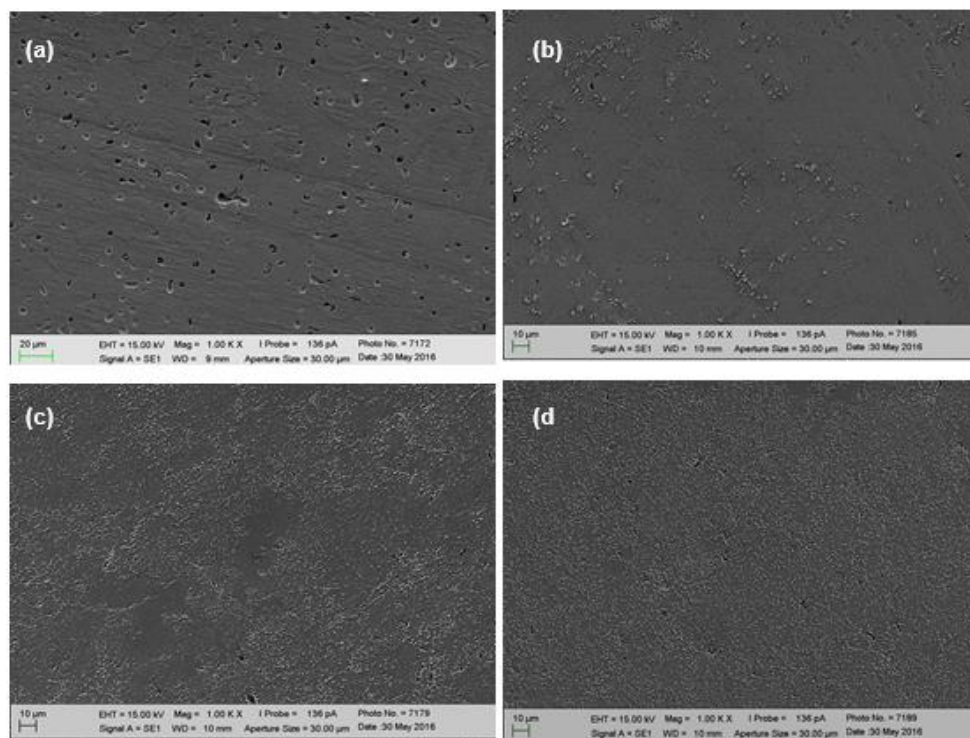


Figura 31: MEV das amostras à base de níquel e reforço de Carbeto de tântalo nos tempos de moagem 4 horas: (b) NT4, (c) NT8 e (d) NT12.

4.4. ENSAIOS DE DUREZA ROCKWELL F NAS AMOSTRAS

4.4.1. DUREZA DAS AMOSTRAS NT4, NT8 E NT12 COM TEMPOS DE 2 E 4 HORAS DE MOAGEM

Analizando os resultados de dureza Rockwell apresentados na Figura 32, pode ser visto a considerável variação no valor da dureza dos materiais à medida que foi mudada a relação entre tempo de moagem e composição do material. Para as amostras NT8 e NT12, com tempo de moagem de 4 horas, pode-se observar que o valor de dureza das amostras foi reduzido quando comparada ao dado de dureza do níquel puro. Como já observado anteriormente (resultados de densidade do sinterizado), isso pode indicar a não uniformidade da mistura dos pós obtida para esse tempo de moagem e nessas duas composições. Já para a moagem dos pós durante 2 horas para as composições NT8 e NT12 e durante 4 horas para a composição NT4, o valor da dureza aumentou, reafirmando os melhores tempos de processamento e composições para as amostras consideradas. Finalmente, para a composição NT4 e tempo de moagem de 2h o valor obtido da dureza foi equivalente ao valor de dureza da amostra de níquel puro.

Estes resultados já vinham sendo esperados desde a análise por tamanho de partículas, onde as amostras tiveram semelhante comportamento neste ensaio, visto que pós com maiores tamanhos de partículas tendem a ter maior dificuldade de compactação e, conseqüentemente, densidades menores.

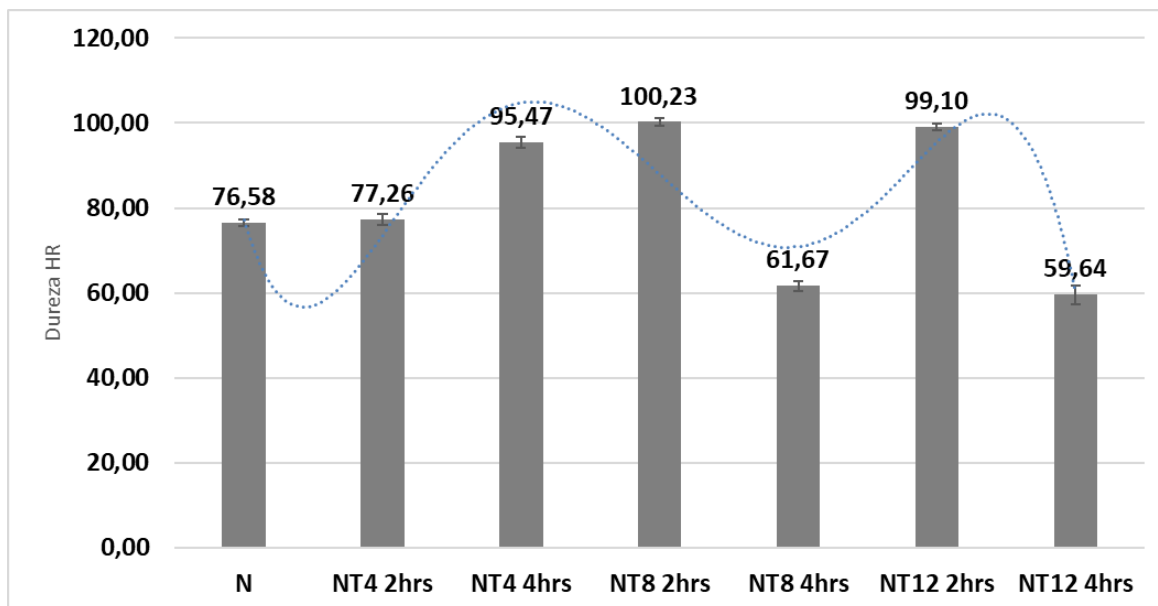


Figura 32: Gráfico dos resultados de dureza das amostras à base de níquel com reforço de carbetto de tântalo.

Adicionalmente é perceptível um baixo valor de desvio padrão para todas as composições avaliadas. Isso sugere uma boa dispersão das fases de reforço na matriz níquel, como pode ser observado nas imagens por MEV.

4.4.2. DUREZA DAS AMOSTRAS NN4, NN8 E NN12 COM TEMPO DE 2 E 4 HORAS DE MOAGEM

As amostras em questão obtiveram os seguintes resultados de dureza mostrados na Figura 33.

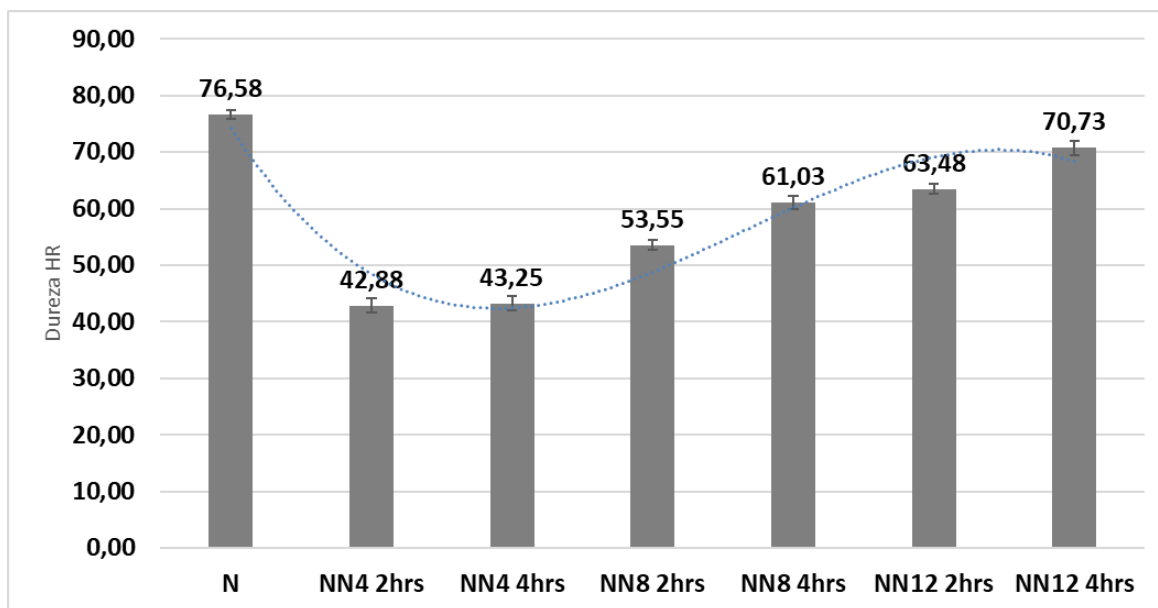


Figura 33: Gráfico dos resultados de dureza das amostras à base de níquel com reforço de carvão de nióbio.

A dureza da amostra NN12 4 horas foi a maior dentre as três composições estudadas, seguida pela NN12 2 horas. Isso ocorre devido à alta dureza do carvão de nióbio. Anteriormente, quando analisado os resultados de densidade, observou-se uma maior relação de variação de propriedades entre a composição que entre o tempo de moagem, para essas amostras à base de níquel com reforço de carvão de nióbio.

A moagem de maior tempo representou um aumento de valores de dureza para todas as composições, principalmente nas amostras de NN8 e NN12. Tal relação não foi tão perceptível nos ensaios de densidade, onde praticamente não se variou com o aumento da moagem. Os resultados da análise por tamanho de partículas foram na direção contrária, aumentando o tamanho de partículas, devido aglomeração por soldagem à frio, à medida que houve aumento no tempo de moagem. Por isso, era de se esperar que houvesse uma pior compactação com tempo maior de moagem, levando a redução na densidade e consequentemente, menor dureza.

O níquel puro apresenta maior dureza que todas as outras amostras estudadas. A inserção de carvão de nióbio gera um composto mais mole que o níquel puro, mesmo sendo inserido um material de maior dureza que o níquel. A redução na densidade da amostra é atribuída à baixa densidade do NbC.

4.4.3. DUREZA DAS AMOSTRAS NTN4, NTN8 E NTN12 COM TEMPO DE 2 E 4 HORAS DE MOAGEM

Realizado os ensaios de dureza nas amostras consideradas, foram obtidos os seguintes resultados de dureza, mostrados na Figura 34. Analisando os resultados de dureza é observado que a adição dos carbeto reduzem a dureza do níquel puro.

Para a amostra Ni-NbC-TaC 4% em volume no tempo de moagem de 4 horas pode-se observar que a dureza baixou muito em relação ao níquel puro e ficou bem abaixo da outra amostra de mesma composição com tempo de moagem de 2 horas. Isso pode indicar uma mistura não uniforme dos pós, como pode ser observado nos dados de diâmetro médio das partículas na concentração de 4% em volume de carbeto. Justamente no tempo de 4h há maior valor no diâmetro médio das partículas.

A amostra Ni-NbC-TaC 12% em volume de carbeto no tempo de moagem de 2 horas foi a que apresentou maior ganho de dureza de todas as amostras. Houve um aumento na dureza ao aumentar o percentual dos carbeto nos compósitos no mesmo tempo de moagem. Quando se observa a mesma composição, porém aumentando o tempo de moagem, ocorre uma redução na dureza. Apenas o NN4 4 horas teve aumento de tamanho de partículas em relação a mesma amostra com moagem de 2 horas, explicando a dificuldade de compactação, levando a tendência demonstrada. Os outros tiveram reduções consideráveis do tamanho de partículas e mesmo assim, apresentaram redução em suas durezas, ao contrário do que era esperado.

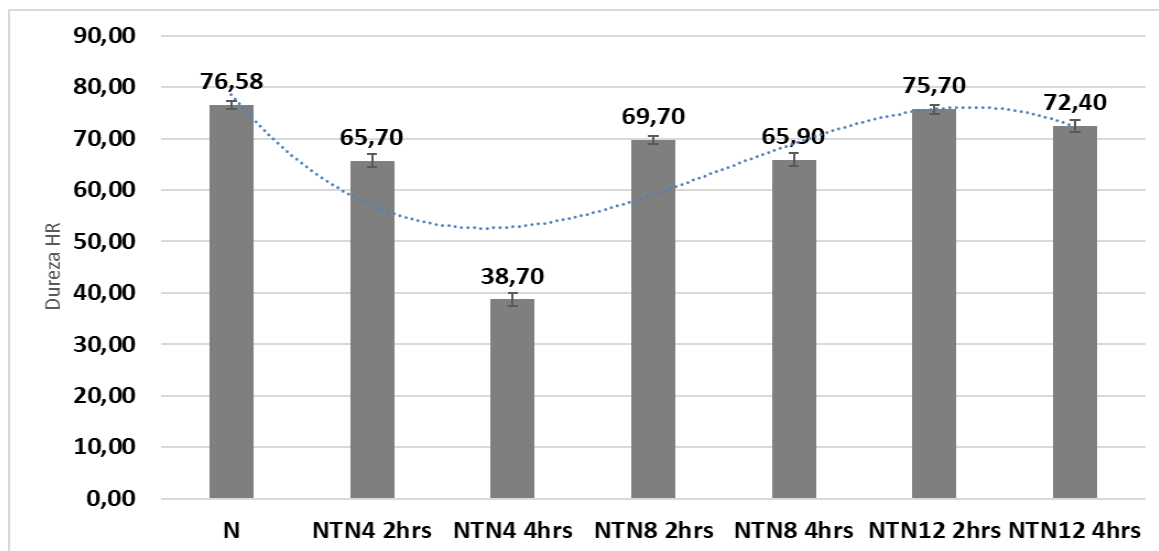


Figura 34: Gráfico dos resultados de dureza das amostras à base de níquel com reforço de carbeto de tântalo mais carbeto de nióbio.

5. CONCLUSÕES

- Com o uso da técnica da metalurgia do pó, via mecanossíntese, foi possível a obtenção dos compósitos de matriz metálica à base de níquel com a adição de carbeto de tântalo e/ou nióbio.
- Nas composições NT8 e NT12, durante 4 horas de moagem, houve uma redução nos valores de densidade do sinterizado;
- Os compósitos apresentaram uma boa uniformidade da fase reforço na matriz de níquel e uma redução na porosidade;
- Com exceção das composições NT8 e NT12, durante 4 horas de moagem, houve um aumento da dureza das amostras quando da adição do TaC;
- As amostras com reforço de carbeto de nióbio demonstraram pouca variabilidade de comportamento à medida que se elevou o tempo de moagem para obtenção.
- A densidade das amostras NN8 e NN12 aumentaram após sinterização, enquanto que a da amostra de NN4 diminuiu, mostrando algum defeito durante a moagem ou compactação da amostra.
- Houve um aumento das densidades do sinterizado à medida que se aumentou a quantidade em volume de carbeto de nióbio, contrariando o que era esperado devido à menor densidade desse carbeto, comparado ao níquel puro.
- Todas as amostras com reforço de carbeto de nióbio na matriz de níquel tiveram valores de dureza menor que do níquel puro.
- Essas amostras tiveram maior valor de dureza à medida que se aumentou a quantidade em volume do carbeto na amostra e houve pouca variação da densidade com o aumento do tempo de moagem.
- Para algumas composições e tempos de moagem houve aumento considerável no tamanho médio de partículas, possivelmente devido a aglomeração de pós;
- Os valores de densidade dos compósitos ficaram abaixo dos valores de densidade do níquel puro;
- O aumento na porcentagem em volume dos carbeto levou a um aumento na densidade de todas as amostras, bem como com o aumento do tempo de moagem;

- Para a composição NNT 4% em volume de carbetos no tempo de moagem de 4h ocorreu uma diminuição significativa da dureza em relação à amostra NNT 4% 2h;
- Houve uma ligeira redução na dureza das amostras a medida que se aumentou o tempo de moagem em todas as amostras, exceto na amostra NN4 4 horas que reduziu consideravelmente sua dureza.

6. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- a) Uma proposta para continuação do estudo com matriz à base de níquel e reforço de carbeto de tântalo é estudar o comportamento dessas amostras a medida que se aumenta o tempo de moagem, bem como a introdução de composições com maior porcentagem em volume de carbeto de nióbio, e comparar como irão se relacionar as propriedades das amostras variando tempo de moagem versus aumento de composição de carbetos de nióbio na matriz metálica de níquel.
- b) Estudar as causas da tendência contrária do esperado nos compósitos à base de níquel com reforço de carbeto de tântalo e carbeto de nióbio, em que amostras com partículas maiores, que teoricamente teriam maior dificuldade de compactação, e conseqüentemente menores durezas, favoreceram aumento de dureza.

REFERÊNCIAS

- Aços e Ferros fundidos – Vicente Chiaverini, ABM, 6ª edição, São Paulo, 1988.
- ASM Handbook. Powder Metal Technologies and Application. ASM International, v.7, 1998. 1146 p.
- ASTM B213 – 13 – Standard Test Method for Flow Rate of Metal Using the Hall Flowmeter Funnel.
- CALLISTER, J. W.D. Ciência e Engenharia dos materiais – uma introdução, LTC Ed. 8ªEd., Rio de Janeiro, 2012.
- BENJAMIN, J. S. Fundamentals of mechanical alloying. Materials Science Forum, v. 88-90, p. 1-18, 1992.
- BERNARDES, L.J.L. A granulação de materiais. Cerâmica industrial 11, 2006.
- BINDER, C. Desenvolvimento de novos tipos de aços sinterizados autolubrificantes a seco com elevada resistência mecânica aliada a baixo coeficiente de atrito via moldagem de pós por injeção. Tese de Doutorado, Florianópolis – 2009.
- CAMPOS, C. E. M. Estudo de Propriedades Físicas de Nano materiais Produzidos por Síntese Mecânica. Tese de Doutorado. UFSC, 2005.
- CARNEY, C.S.; GUMP, C.J.; WEIMER, A.W. Rapid nickel oxalate thermal decomposition for producing fine porous nickel metal powders - Part 1: Synthesis. Materials Science and Engineering A 431 (2006) 1–12.
- COLTON, J.S. Metal Powder Processing. Georgia Institute of Technology, ME 4210: Manufacturing Processes and Engineering, 2009. 29 p.
- DUTEL, G.D.; LANGLOIS, P.; TINGAUD, D.; DIRRAS, G. Room-temperature deformation micro-mechanisms of polycrystalline nickel processed by spark plasma sintering. Materials characterization 79 (2013) 76-83. ed., Flow studies for recycling metal commodities in the United States: U.S. Geological

FERNANDES, M.R.P. Compósitos de matriz metálica à base níquel com adição de TaC e NbC produzidos via metalurgia do pó, 2014, 122p. Tese (Doutorado em Ciência e Engenharia de Materiais) – Universidade Federal do Rio Grande do Norte, UFRN, Natal.

GOONAN, T.G. Nickel recycling in the United States in 2004, chap. Z of Sibley, S.F., GORDO, E., VELASCO, F., ANTÓN, N., TORRALBA, J. M. Wear Mechanisms in High Speed Steel Reinforced with (NbC)p and (TaC)P MMCs. Wear, v. 239, p.251-259, 2000.

HWANG, S. J. The effect of Microstruture and Dispersoids on the Mechanical Properties of NiAl Produced By Mechanical Alloying. Journal of Metastable and Nanocrystalline Materials, v. 7, p. 1 – 6, 2000.

IMBELLONI, A.M. Concentração do minério de níquel da mineração, 2013. Dissertação de Mestrado, Ouro Preto/MG.

IULIANO, L., SETTINERI, L., GATTO, A. High-speed turning experiments on metal matrix composites. Composites Part A 29A (1998) 1501–1509.

JESUS, E.R.B. Obtenção, usinagem e desgaste de materiais compósitos de matriz metálica processados via metalurgia do pó. Dissertação apresentada como parte dos requisitos para obtenção do grau de Mestre em Tecnologia Nuclear – Materiais. São Paulo, 1998.

JÚNIOR, L. E. V.; NETO, J.B.R.; HOTZA, D.; KLEIN, A.N. Compósitos de matriz metálica reforçados pela dispersão de partículas cerâmicas produzidos por mecanossíntese: uma revisão. Exacta, v. 7, n. 2, pp. 195-204, 2009.

KNEWITZ, F.L. Estudo comparative de amostras de NiTi produzidas por metalurgia do pó. Dissertação de Mestrado - Porto Alegre, 2009.

LEMSTER, K.; GRAULE, T.; KUEBLER, J. Processing and microstructure of metal matrix composites prepared by pressureless Ti-activated infiltration using Fe-base and Ni-base alloys. Materials Science and Engineering A, v. 393, p. 229-238, 2005.

LIN, C-K, HONG, S-S, LEE, P-Y., Formation of NiAl – Al₂O₃ Intermetallic-Matrix Composite Powder by Mechanical Alloying Technique. *Intermetallics*, v. 8, n. 9-11, p.1043-1048, Setembro 2000.

MARTÍNEZ, V. DE P.; BARRIENTOS, J.; VARAS, G.; GARÍN, J. Evolution of Crystallite Size in Cu-Cr Powders during Mechanical Alloying and Heat Treatment. *PM World Congress*, p.355-60, 1998

MEDEIROS, S.G. Processamento de Compósitos NI-NbC e Ni-WC pelas técnicas de moagem de alta energia e granulação em tambor. Dissertação de Mestrado. UFRN, 2006.

MELCHIORS, G. Caracterização de compósitos Nb-20%cu obtidos por moagem de alta energia e sinterizados por fase líquida. Dissertação (Mestrado) – UFRN, Natal, 2011.

NABOYCHENKO, S.S.; MURASHOVA, I.B.; NEIKOV, O.D. Production of Nickel and Nickel-alloy Powders. Chapter 17. 2004

PACHECO, P.D.; OLIVEIRA L.J.; QUINTANILHA, R.; GUIMARÃES, R.S.; FILGUEIRA, M. Obtenção de ligas Fe-Cu via metalurgia do pó: microestrutura, dureza e limite de escoamento. *Revista Brasileira de Aplicações de Vácuo*, v. 26, n. 3, p.121-125, 2007.

PAGANINI, P. P. Síntese e caracterização de trocadores iônicos inorgânicos a base de óxidos mistos estanho-titânio para utilização na recuperação de cádmio e níquel e estudos fotoluminescentes. Dissertação de Mestrado. IPEN, 2007.

PAULO, D.S.A. Sinterização em plasma e em forno resistivo de compósitos Fe-NbC-C e Fe-TaC-C. Tese de doutorado, 2003.

RAMOS, L. B. Estudo de revestimentos de níquel obtidos por aspersão térmica hvof sobre o aço. Trabalho de diplomação. UFRGS, 2014.

REIHANIAN, M.; ASADULLAHPOUR, S.R.; HAJARPOUR, S.; GHEISARI, K.H. Application of neural network and genetic algorithm to poder metallurgy of pure iron. *Materials and Design* 32, p.3183-3188, 2011.

SCHAERER, M. M. Análise numérica do comportamento de densificação de pós metálicos resultantes do processo de compactação uniaxial. Tese de doutorado, Rio de Janeiro, 2006.

SILVESTRONI, L.; SCITI, D.; ESPOSITO, L.; GLAESER, A.M. Joining of ultra-refractory carbides. *Journal of the European Ceramic Society* 32 (2012) 4469–4479.

SIMÕES, D. G.; DE LAZZARI, C. P.; CINTHO, O.M.; CAPOCCHI, J.D.T. Moagem de alta energia na síntese de NbC. 17º CBECMat – Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais, 2006. Survey Circular 1195, 2009. 100 p.

SURYANARAYANA, C. Mechanical alloying and milling. *Progress in Materials Science*, v.46, p. 1-184, 2001.

TORRES, C. S., SCHAEFFER, L. Sinterização do compósito metal duro EC-Co. *Eletrônica de materiais e processos*, v.4.3, p. 58-6, 2009.

TRUMPER, D. Metal matrix composites applications and prospects. *Metals and materials*, v.15, p. 662-667, 1987.

XIANG, H.; XU, Y.; ZHANG, L.; CHENG, L. Synthesis and microstructure of tantalum carbide and carbon composite by liquid precursor route. *Scripta Materialia*, v.55, p. 339-342, 2006.